

Laboratorio de Petrofísica
Geología Ambiental Aplicada
Departamento de Medio Ambiente

CIEMAT/DMA/M20/2015

Informe:

Caracterización mediante porosimetría por
intrusión de Hg y adsorción de N₂ de las
muestras de Biochar (P1 y P2).

Rocío Campos
Ana María González

Enero 2015

Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 6

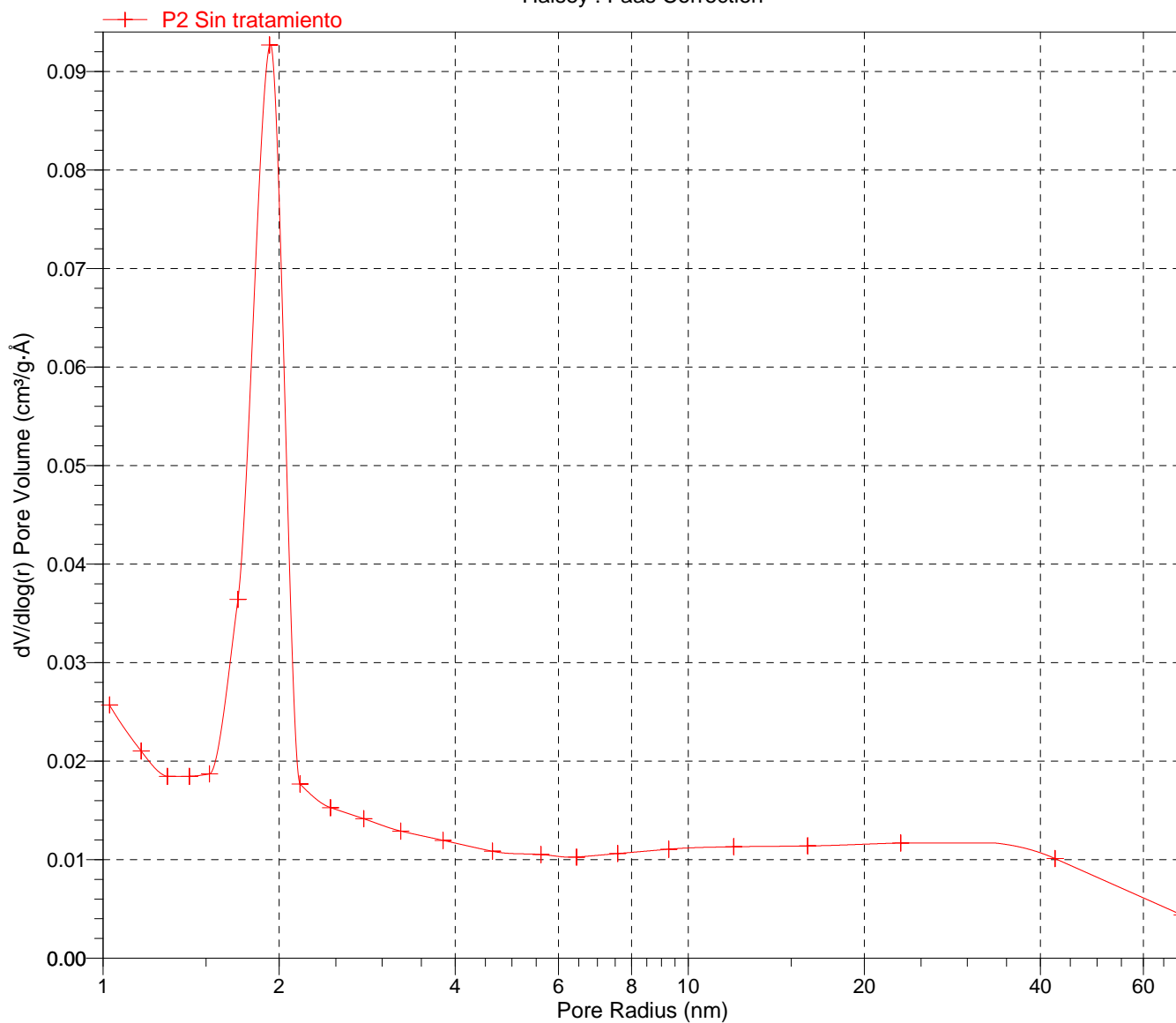
Sample: P2 Sin tratamiento
 Operator: A.M.G
 Submitter: RM
 File: R:\SUELOS\ASAP\000-005.SMP

Started: 14/01/2015 8:07:23
 Completed: 14/01/2015 19:09:41
 Report Time: 27/01/2015 14:52:48
 Sample Mass: 0.8786 g
 Cold Free Space: 48.9305 cm³
 Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
 Analysis Bath Temp.: -196.327 °C
 Thermal Correction: No
 Warm Free Space: 16.4488 cm³ Measured
 Equilibration Interval: 10 s
 Automatic Degas: Yes

BJH Desorption dV/dlog(r) Pore Volume

Halsey : Faas Correction



ÍNDICE

1.- MUESTRAS Y PREPARACIÓN DE MUESTRAS

2.- POROSIMETRÍA POR INTRUSIÓN DE MERCURIO

- Método
- Instrumentación
- Condiciones de medida
- Resultados

3.- ADSORCIÓN DE N₂

- Método
- Instrumentación
- Condiciones de análisis
- Resultados

4.- CONCLUSIONES

Anexo I - Resultados de la porosimetría por intrusión de Hg

Anexo II - Resultados del análisis mediante adsorción de N₂

1.- MUESTRAS Y PREPARACIÓN DE MUESTRAS

En este informe se presentan los resultados correspondientes al estudio de la porosidad y de la superficie específica de dos muestras de biochar obtenido a partir de material vegetal, denominadas para este informe P1 y P2.

Las muestras forman parte del estudio previo de caracterización solicitado por ELECOFASA para estudiar, en colaboración con el CIEMAT, el potencial como biochar del material entregado.

La caracterización se ha realizado mediante porosimetría por intrusión de Hg y adsorción de gas (N_2) a 77°K. Estos dos ensayos se han llevado a cabo directamente sobre muestras no tratadas (P1 y P2 sin tratamiento) y sobre muestras liofilizadas (P1 y P2 liofilizadas).

La liofilización se ha llevado a cabo en el equipo LioQuest de Telstar, con una primera fase de congelación a -30° C durante 24 h, y 48 h más en cámara de vacío. Una vez liofilizadas se han conservado tapadas y selladas en desecador hasta su posterior análisis.

2.- POROSIMETRÍA POR INTRUSIÓN DE MERCURIO

Método

La medida con el porosímetro de mercurio se basa en los fenómenos de capilaridad generados por los líquidos que no mojan los sólidos con los que están en contacto. Así, un líquido como el mercurio que no penetra espontáneamente en los conductos capilares, precisa una presión para su introducción que es inversamente proporcional al diámetro (D) de los mismos. Para el caso de líquidos no húmedos como el mercurio, y poros cilíndricos se expresa según la ecuación de Washburn (1921) como:

$$D = - 4 \gamma \cos \theta / P$$

Donde (P) es la presión aplicada, (D) es el diámetro de poro, (θ) es el ángulo de contacto entre el sólido y el mercurio y (γ) es la tensión superficial del fluido.

La tensión superficial del mercurio (γ) varía con la pureza del mismo, pero está normalmente aceptado el valor de 484 dinas/cm. El ángulo de contacto (θ) también varía con la composición del sólido pero se recomienda un valor de 139°, si no existe otra información específica que señale lo contrario.

El análisis de la porosidad se realiza a partir del volumen de mercurio que penetra en los poros en función de la presión aplicada. La técnica es aplicable sobre un rango de tamaños de poros comprendido entre 0.003 y 360 μm y permite conocer el volumen de la muestra (V_k) y el volumen de los poros rellenos con mercurio (V_p) con lo que la porosidad efectiva o accesible (E (%)) se determina a partir de estos parámetros de la siguiente forma:

$$E\% = 100 \times V_p / V_k$$

La porosidad total se calcula de acuerdo con la siguiente expresión:

$$PT = 100 \times (1 - D_b / D_r)$$

Donde (D_b) es la densidad del conjunto, determinada como la relación entre la masa seca y el volumen de la probeta y (D_r) es la densidad real, de la fase mineral o grano (peso específico), obtenida a partir del ensayo de Pycnometría de Helio.

Instrumentación

Se ha trabajado con el porosímetro de mercurio AutoPore Serie IV 9500 - Micromeritics que trabaja a una presión máxima de 220MPa. El método empleado para la preparación de muestra y su medida se ajusta al procedimiento descrito en AutoPore IV 9500, Operator's Manual V1.09, y los parámetros obtenidos en este trabajo son los siguientes (Tabla 1):

- Volumen total intruido (mL/g)
- Área total de poros (m²/g)
- Radio medio de poros (volumen) (nm)
- Radio medio de poros (área) (nm)
- Radio de poro medio (2V/A) (nm)
- Densidad (bulk) y densidad esquelética (g/mL)
- Porosidad (%)
- Umbral de presión para percolación (MPa)
- Longitud característica (nm)
- Tortuosidad

Teniendo en cuenta la clasificación de la IUPAC (Sing et al., 1985) para los tamaños de poros:

- Macroporos $d \geq 0.05 \mu\text{m}$ (500Å)
- Mesoporos $0.05 (500\text{Å}) \geq d > 0.002 \mu\text{m}$ (20Å)
- Microporos $d < 0.002 \mu\text{m}$ (20Å),

y teniendo en cuenta las presiones de inyección del porosímetro utilizado, la porosidad medida mediante la intrusión de mercurio queda restringida a la macroporosidad y una parte de la mesoporosidad.

Condiciones de medida.

En cuanto a las condiciones de evacuación, se ha empezado con una medida inicial de 0.034MPa/min, con un límite de succión de 300 μmHg , y un vacío máximo de 50 μmHg . Esta evacuación se ha mantenido durante unos minutos antes de proceder con la inyección de mercurio.

La presión creciente aplicada para el ensayo se ha distribuido en 110 puntos de medida para cada ensayo, comprendidos entre 0.026 y 220 MPa, siendo 0.20 Mpa la divisoria entre la alta y la baja presión. La presión decreciente para la determinación de la rama de extrusión se

ha aplicado 220 y 0.094 Mpa con un total de 51 puntos de medida. La curva de intrusión-extrusión para cada muestra presenta un total de 160 puntos.

Los parámetros referentes al mercurio son: densidad 13.5335 gr/mL, tensión superficial 485,00 dinas/cm y ángulo de contacto de avance y retroceso en el proceso de medida 139°.

El tiempo de equilibrado del Hg, desde la inyección ha sido de 10 seg, tanto en baja como en alta presión, este tiempo es imprescindible para la estabilización del mercurio en el stem ó vástago antes de la medida y condiciona la duración del experimento.

Resultados

Los resultados de los análisis realizados a las muestras mediante porosimetría de mercurio se muestran en las Tablas 1 y 2 y de forma gráfica en las curvas de intrusión-extrusión de Hg (Figura 1) y en la de distribución de tamaños de poros (Figura 2). En el Anexo I se muestran los resultados completos para cada muestra.

La porosidad de las cuatro muestras presenta valores muy próximos en todos los parámetros determinados. La porosidad esta comprendida entre un 85.98 y un 86.63%. De la misma forma el área de poros y el volumen total intruido presentan valores muy homogéneos (Tabla 1) en torno a 7m²/g y 4.25mL/g respectivamente. Ambas muestras presentan una tortuosidad considerable.

Sample ID:		P1		P2	
		Sin tratamiento	Liofilizada	Sin tratamiento	Liofilizada
Total Intrusion Volume	mL/g	4.02	4.30	4.22	4.18
Total Pore Area	m ² /g	6.19	6.53	7.78	7.59
Median Pore Diameter (Volume)	nm	133521.20	127878.80	121659.80	90090.50
Median Pore Diameter (Area)	nm	93.30	103.40	80.60	96.50
Average Pore Diameter (4V/A)	nm	2598.60	2634.50	2168.50	2201.10
Bulk Density at 0.0026 Mpa	g/mL	0.21	0.20	0.20	0.21
Apparent (skeletal) Density	g/mL	1.53	1.47	1.51	1.55
Porosity	%	85.98	86.31	86.41	86.63
Threshold Pressure	MPa	0.01	0.01	0.01	0.01
Characteristic length	nm	220173.50	182408.30	160719.10	177328.10
Tortuosity		4.16	4.43	4.71	4.85

Tabla 1 .- Resumen de resultados en la porosimetría por intrusión de Hg

El las curvas de intrusión-extrusión (Figura 1) vemos igualmente que no existen diferencias reseñables entre las muestras liofilizadas y las muestras no tratadas y tampoco entre las muestras P1 y P2. Estas curvas están caracterizadas por una importante intrusión de Hg a

bajas presiones seguida de una leve o mínima intrusión, que es la que conforma la parte plana de la curva y se genera a altas presiones. La intrusión que se produce al principio del ensayo puede reflejar la porosidad interpartícula.

En la Tabla 2 se muestra el dominio de la macroporosidad sobre la mesoporosidad (inexistente) y los valores modales de esta macroporosidad. Es importante tener en cuenta que este ensayo solo determina la macroporosidad y una parte muy pequeña de la mesoporosidad y que se complementa con el ensayo de adsorción de N₂.

	Macroporosidad	>50nm	99.63
P1	Moda	nm	204174.74
Sin tratamiento	Mesoporosidad	% <50nm	0.37
	Moda	nm	
	Macroporosidad	>50nm	99.61
P1	Moda	nm	183024.59
Liofilizada	Mesoporosidad	% <50nm	0.39
	Moda	nm	
	Macroporosidad	>50nm	99.44
P2	Moda	nm	149371.95
Sin tratamiento	Mesoporosidad	% <50nm	0.56
	Moda	nm	
	Macroporosidad	>50nm	99.47
P2	Moda	nm	121640.28
Liofilizada	Mesoporosidad	% <50nm	0.53
	Moda	nm	

Tabla 2 .- Porcentajes y valores modales de la macro y mesoporosidad determinados por porosimetría.

La Figura 2 muestra la distribución de tamaños de poros que muestran unas poblaciones de poros dominantes que se agrupan en torno a los valores modales reflejados en la Tabla 2. Se observa un ligerísimo desplazamiento del máximo de las distribuciones de las muestras P1 liofilizada y P1 sin tratamiento hacia tamaños de poros mayores pero esta diferencia es prácticamente imperceptible dentro del rango de poros estudiado.

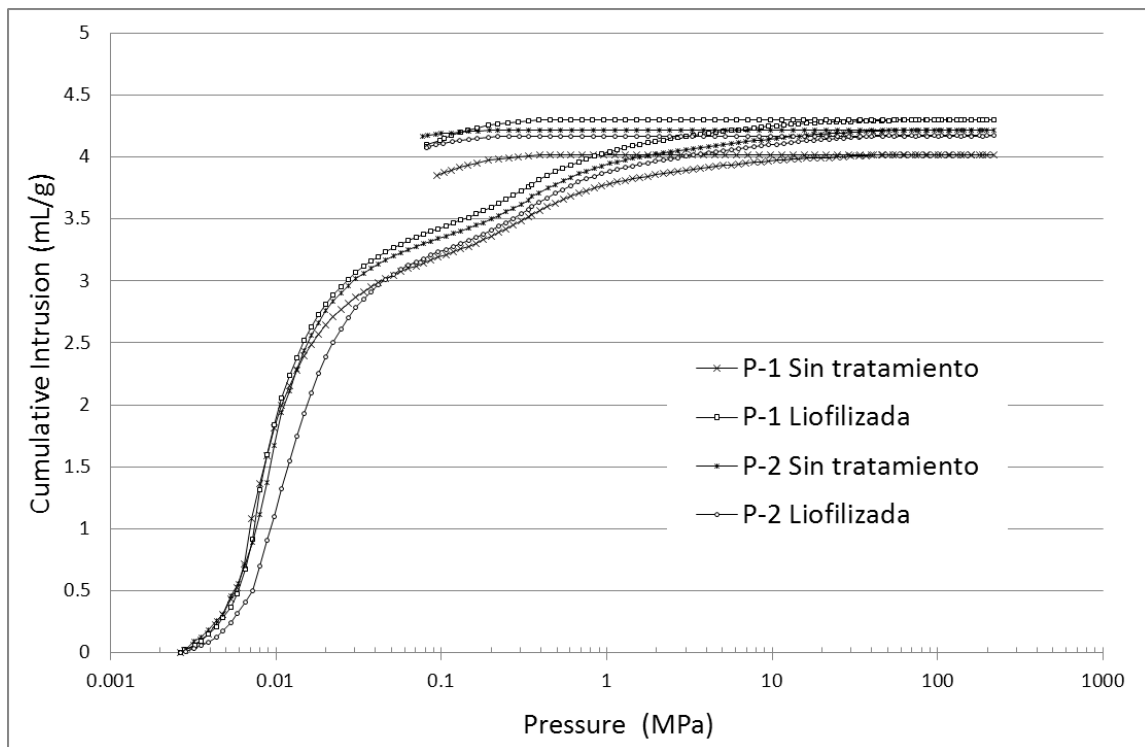


Figura 1 - Curvas de intrusión-extrusión de Hg para las muestras P1 y P2 liofilizadas y sin tratamiento.

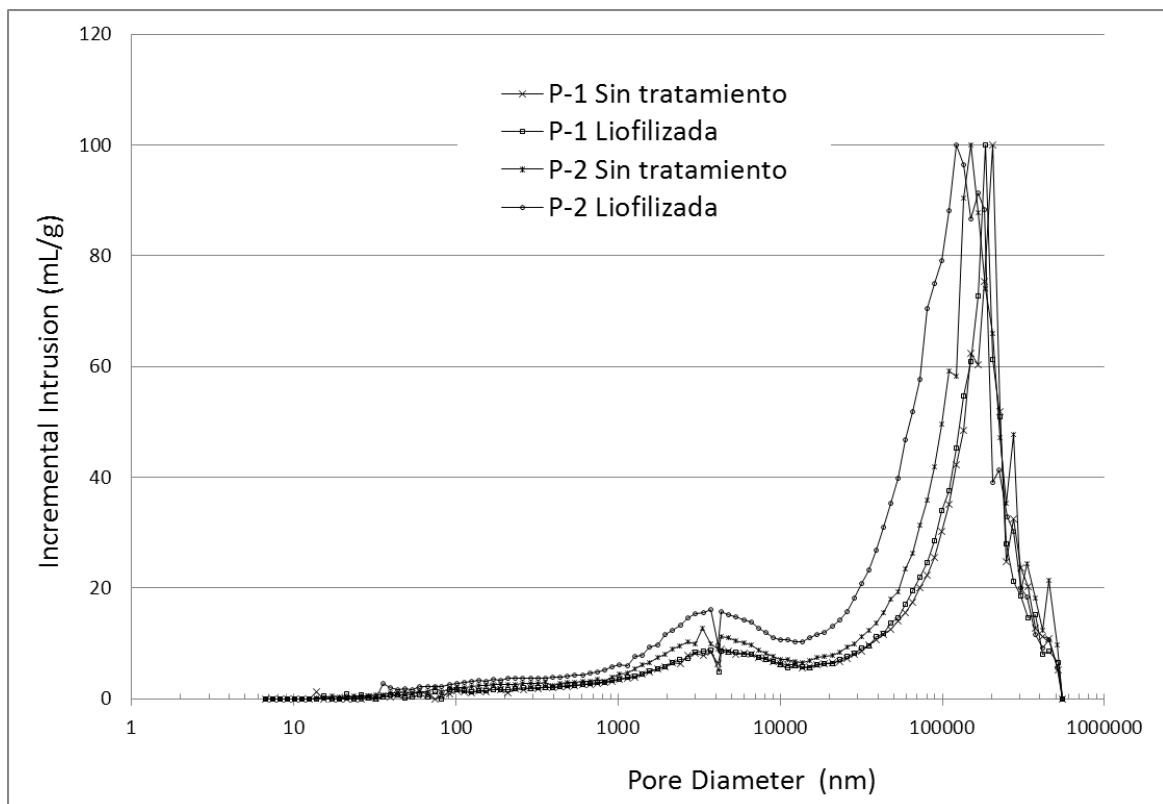


Figura 2 - Curvas de distribución de tamaños de poros para las muestras P1 y P2 liofilizadas y sin tratamiento.

3.- ADSORCIÓN DE N₂

Método

El método BET mide el área superficial de una muestra mediante la determinación de la cantidad de gas que adsorbe una capa simple de moléculas. Bruanauer, Emmett y Teller (1938) derivaron la ecuación BET, a partir de la teoría de adsorción molecular, en donde el número de moléculas adsorbidas en una monocapa, es directamente proporcional al área de la muestra. El número de moléculas adsorbidas se determina por la cantidad de gas y el área ocupada por cada una de ellas.

La ecuación que describe la adsorción de un gas sobre una superficie sólida es:

$$\frac{P}{V(P_0-P)} = \frac{1}{V_m \cdot C} + \frac{C-1}{V_m \cdot C} \frac{P}{P_0}$$

Donde:

V, es el volumen de gas adsorbido a cada presión relativa, P/P_0 es la presión relativa, a la saturación del N₂, V_m es el volumen de gas requerido para formar una capa monomolecular adsorbida, C es un parámetro relacionado con la energía de adsorción y el calor de condensación.

$$C = \exp (E_1-L)/RT$$

E_1 es la energía de adsorción y L el calor de condensación.

La representación de $P/V(P_0-P)$ frente a P/P_0 implica la obtención de una recta de cuya pendiente y ordenada en el origen, se calcula el valor de V_m . Una vez determinado V_m se calcula la superficie específica (SE) mediante la siguiente ecuación:

$$SE = (V_m/M) N A_m 10^{-20}$$

Donde M es el peso molecular del gas, N el número de Avogadro, y A_m el área transversal de la molécula adsorbida sobre la superficie, que depende del gas elegido para realizar la isoterma de adsorción.

Instrumentación y condiciones de análisis.

El equipo utilizado es el ASAP 2020 de Micromeritics.

El equipo ASAP 2020, consta de dos partes para realizar el análisis. En la primera parte se realiza una desgasificación que a su vez consta de dos fases (evacuación y calentamiento), la segunda corresponde al análisis.

La primera parte, la parte de desgasificación se realiza en dos pasos, la fase de evacuación se ha realizado a 40°C, temperatura que se alcanza mediante una rampa de 1°C/min. Se evacua la muestra a una velocidad de evacuación de 5mmHg/s, hasta alcanzar los 100µmHg, en dónde se mantiene la muestra 10 minutos más.

Una vez terminado este primer proceso se pasa a la fase de calentamiento, se ha realizado también a 40°C, para no aumentar más la temperatura, durante 480 minutos (8h). Realizado este proceso, la muestra está libre de humedad e impurezas y se puede proceder al análisis.

Para el análisis propiamente dicho se ha calculado la isoterma completa de N₂ a 77°K. La isoterma se ha realizado con 32 puntos de presión relativa ascendente para la adsorción (entre 0.010 y 0.995) y 23 puntos para la rama de desorción entre 0.995 y 0.14 de presión relativa.

La superficie específica BET se ha calculado entre 0.06 y 0.20 de presión relativa y el volumen total de poros a una presión relativa de 0.975. El t-plot se ha calculado entre los valores de P/P⁰ de 0.01 y 0.65

Resultados

Las isotermas obtenidas para las dos muestras tanto las liofilizadas como las no tratadas se representan en la Figura 3. No corresponden a ninguna de los Tipos de Isotermas definidas en la clasificación BDDT que además es la adoptada por la IUPAC.

La muestra P1, liofilizada y sin tratamiento presenta una isoterma difícil de clasificar, a bajas presiones parece que se asocia a una isoterma Tipo III típica de una baja interacción entre el adsorbible y el adsorbente. La debilidad de las interacciones hace que la adsorción a bajas presiones sea muy baja, esta adsorción aumenta a altas presiones relativas. El ciclo de histéresis asociado a la condensación

capilar en los mesoporos es prácticamente inexistente y es debido seguramente a la propia estructura pulverulenta del sólido analizado.

La muestra P2 liofilizada y sin tratamiento, presenta una isoterma que a bajas presiones relativas se ajustaría a un Tipo I. Este tipo presenta una subida abrupta a presiones relativas bajas que no queda definida totalmente en el análisis realizado porque corresponde con el llenado de microporos, en los que la molécula del adsorbato es de tamaño muy similar al tamaño de los poros. Se produce en estos casos un solapamiento de moléculas y un aumento enorme de la energía de interacción entre el material y el adsorbible.

En esta muestra también tenemos presente un lazo de histéresis próximo al Tipo H3, que no llega a cerrar completamente. La presencia de histéresis a baja presión puede estar asociado a la entrada activada de moléculas a través de poros de boca estrecha en materiales microporosos (Gregg y sing, 1982), o a la propia estructura pulverulenta del sólido analizado.

Sample:		P1 Liof.	P1 Sin tratm.	P2 Liof.	P2 Sin tratm.
Surface Area					
Single point surface area at $P/P_0 = 0.200329685$:	m ² /g	1.809	2.102	50.060	46.545
BET Surface Area:	m ² /g	2.280	2.349	49.844	46.529
BJH Adsorption cumulative surface area of pores between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius:	m ² /g	2.109	2.487	17.386	17.958
BJH Desorption cumulative surface area of pores between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius:	m ² /g	3.639	3.946	19.461	20.479
Pore Size					
Adsorption average pore width (4V/A by single point):	nm	17.829	17.297	3.026	3.140
BJH Adsorption average pore radius (2V/A):	nm	12.123	12.616	3.624	3.534
BJH Desorption average pore radius (2V/A):	nm	7.020	7.943	3.034	2.994
t-Plot Report					
Micropore Volume:	cm ³ /g	0.000	0.000	0.012	0.010
Micropore Area:	m ² /g	0.000	0.000	25.613	22.038
External Surface Area:	m ² /g	2.266	2.722	24.231	24.491
Slope:	cm ³ /g·nm STP	1.465	1.760	15.665	15.833
Y-Intercept:	cm ³ /g STP	0.000	0.000	7.513	6.442

Tabla 3 .- Principales resultados de la adsorción de N2 a 77°K en las muestras P1 y P2 liofilizadas y sin tratar.

La Tabla 3 muestra los valores obtenidos del análisis de adsorción de N2 a 77°K en las muestras P1 y P2 liofilizadas y sin tratamiento. Solo destacar entre estos resultados en un análisis preliminar el valor de las superficie BET 2.28 y 2.35 en la muestra P1 y 49.84 y 46.53 en la muestra P2 que indica una importante diferencia entre ellas. Además de una baja superficie específica la muestra P1 no presenta microporosidad mientras que la muestra P2 presenta un área de microporos (25.61 y 22.04 m²/g) que es aproximadamente la mitad de la superficie BET. El área externa es el valor complementario de esta área microporosa (24.23 y 24.49 m²/g). En la muestra P1, toda el área de poros parece ser área extenna (2.27 y 2.72 m²/g).

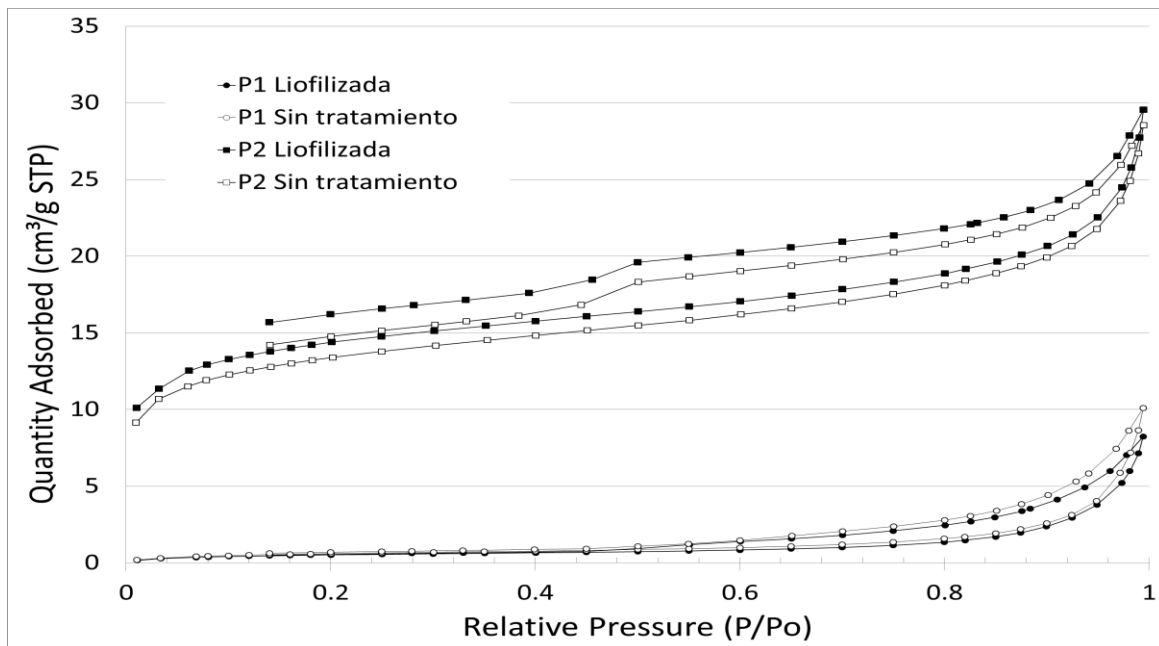


Figura 3 - Isothermas de adsorción-desorción de N2 a 77°K para las muestras P1 y P2 liofilizadas y sin tratar.

El tamaño de poros determinado a partir de este análisis revela también la importancia de la microporosidad en la muestra P2 respecto a P1. Por último la distribución del tamaño de poros BJH (Figura 4 y Tabla 3) revela claramente las diferencias entre P1 y P2 que se materializan fundamentalmente para los tamaños de poros comprendidos entre 0.8 y 9 nm.

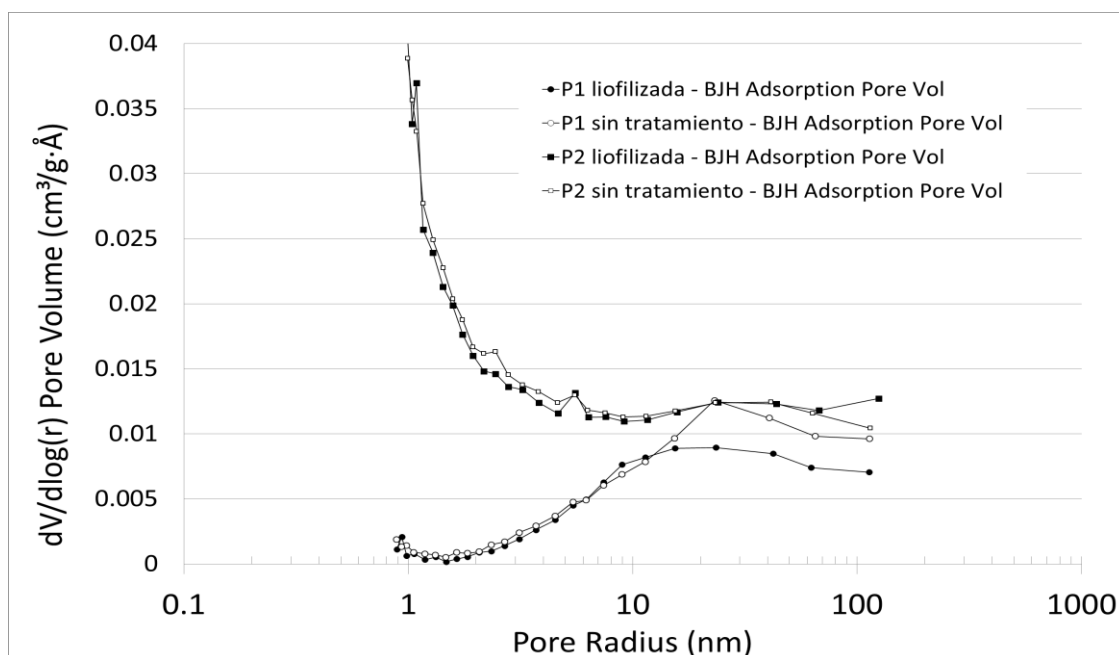


Figura 4 - Distribución de tamaños de poros en gráficas BJH (rama de adsorción) para las muestras P1 y P2 liofilizadas y sin tratar.

4.- CONCLUSIONES

- La porosidad de las muestras determinada por porosimetría por intrusión de Hg es de un 86%
- La distribución de tamaños de poros determinada por intrusión de Hg indica la inexistencia de mesoporosidad y el dominio de macroporosidad en ambas muestras.
- Esta macroporosidad se agrupa en torno a 120-200 μm y seguramente es la generada por la disposición interpartícula.
- Existe un máximo relativo de poros cuyo diámetro se sitúa entre 400 y 500 nm (0.4-0.5 μm) pero la importancia relativa de éste no ha sido evaluada.
- La adsorción de N₂ a 77°K muestra las verdaderas diferencias entre las muestras P1 y P2.
- La P2 tiene un área superficial BET (48m²/g) mayor que la P1 (2.3m²/g).
- La muestra P2 muestra una microporosidad que es aproximadamente la mitad que el área BET, mientras que la P1 no muestra microporosidad.

La recomendación es:

1. Tratar las muestras sin liofilizar, ya que este proceso no aporta información suplementaria a los análisis realizados, siempre que el material esté lo suficientemente seco como para realizar los ensayos.
2. Realizar los análisis de porosimetría por intrusión de Hg en las mismas condiciones que se han realizado para este trabajo previo.
3. Realizar una desgasificación a alta temperatura (si el material lo permitiera) o a baja temperatura pero muy prolongada en el tiempo, previo al análisis de adsorción de N₂ para evitar algunos efectos no deseados en las isothermas de adsorción.
4. Realizar un análisis complementario de microporo en la muestra P2

Anexo I

Resultados de la porosimetría por intrusión de Hg

CIEMAT - Laboratorio de Petrofísica

AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 1

Sample ID: P-1 Liofilizada

Operator: A. M.G.

Submitter: RM

File: R:\SUELOS\POROSI~1\000-004.SMP

LP Analysis Time: 18/12/2014 8:56:04

HP Analysis Time: 18/12/2014 10:19:35

Report Time: 02/02/2015 10:30:40

Sample Weight: 0.1640 g

Correction Type: None

Show Neg. Int: No

Summary Report**Penetrometer parameters**

Penetrometer:	16-0302 3cc polvo 1.12 - 1.19 - 4.68		
Pen. Constant:	22.065 $\mu\text{L/pF}$	Pen. Weight:	61.8046 g
Stem Volume:	1.1900 mL	Max. Head Pressure:	0.032267 MPa
Pen. Volume:	4.0428 mL	Assembly Weight:	105.6193 g

Hg Parameters

Adv. Contact Angle:	139.000 degrees	Rec. Contact Angle:	139.000 degrees
Hg Surface Tension:	485.000 dynes/cm	Hg Density:	13.5335 g/mL

User Parameters

Param 1:	N/A	Param 2:	N/A	Param 3:	N/A
----------	-----	----------	-----	----------	-----

Low Pressure:

Evacuation Pressure:	50 μmHg
Evacuation Time:	5 mins
Mercury Filling Pressure:	0.0027 MPa
Equilibration Time:	10 secs

High Pressure:

Equilibration Time:	10 secs
---------------------	---------

No Blank Correction

(From Pressure 0.0007 to 413.6854 MPa)

Intrusion Data Summary

Total Intrusion Volume =	4.3019 mL/g
Total Pore Area =	6.532 m^2/g
Median Pore Diameter (Volume) =	127878.8 nm
Median Pore Diameter (Area) =	103.4 nm
Average Pore Diameter (4V/A) =	2634.5 nm
Bulk Density at 0.0027 MPa =	0.2006 g/mL
Apparent (skeletal) Density =	1.4656 g/mL
Porosity =	86.3106 %
Stem Volume Used =	60 %

Pore Structure Summary

Threshold Pressure:	0.0080 MPa (Calculated)
Characteristic length =	182408.3 nm
BET Surface Area =	200.0000 m^2/g
Pore shape exponent =	1.00
Tortuosity factor =	1.255
Tortuosity =	4.4253

CIEMAT - Laboratorio de Petrofísica

AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: P-1 Liofilizada

Operator: A. M.G.

Submitter: RM

File: R:\SUELOS\POROSI~1\000-004.SMP

LP Analysis Time: 18/12/2014 8:56:04

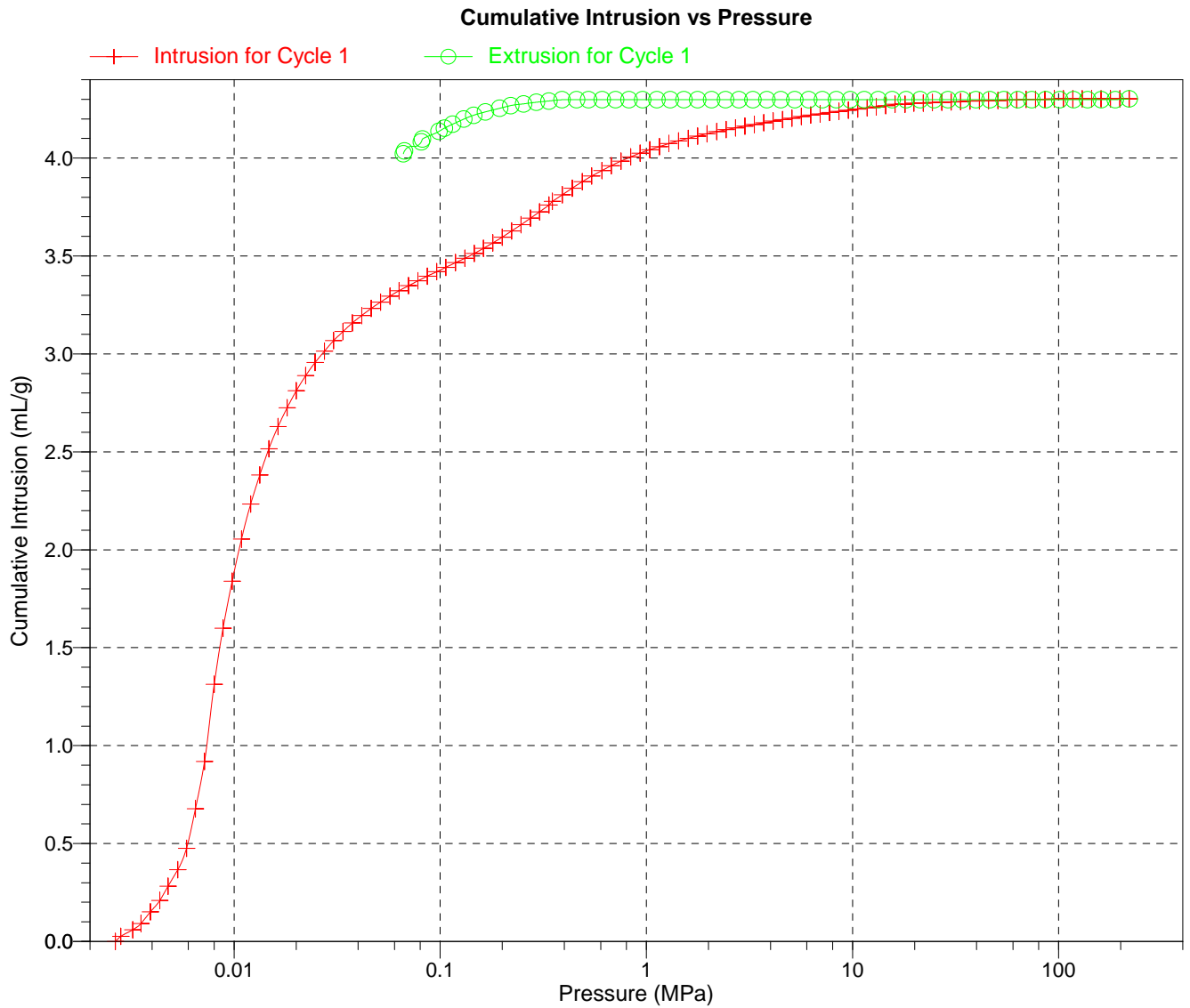
HP Analysis Time: 18/12/2014 10:19:35

Report Time: 02/02/2015 10:30:40

Sample Weight: 0.1640 g

Correction Type: None

Show Neg. Int: No



CIEMAT - Laboratorio de Petrofísica

AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: P-1 Liofilizada

Operator: A. M.G.

Submitter: RM

File: R:\SUELOS\POROSI~1\000-004.SMP

LP Analysis Time: 18/12/2014 8:56:04

HP Analysis Time: 18/12/2014 10:19:35

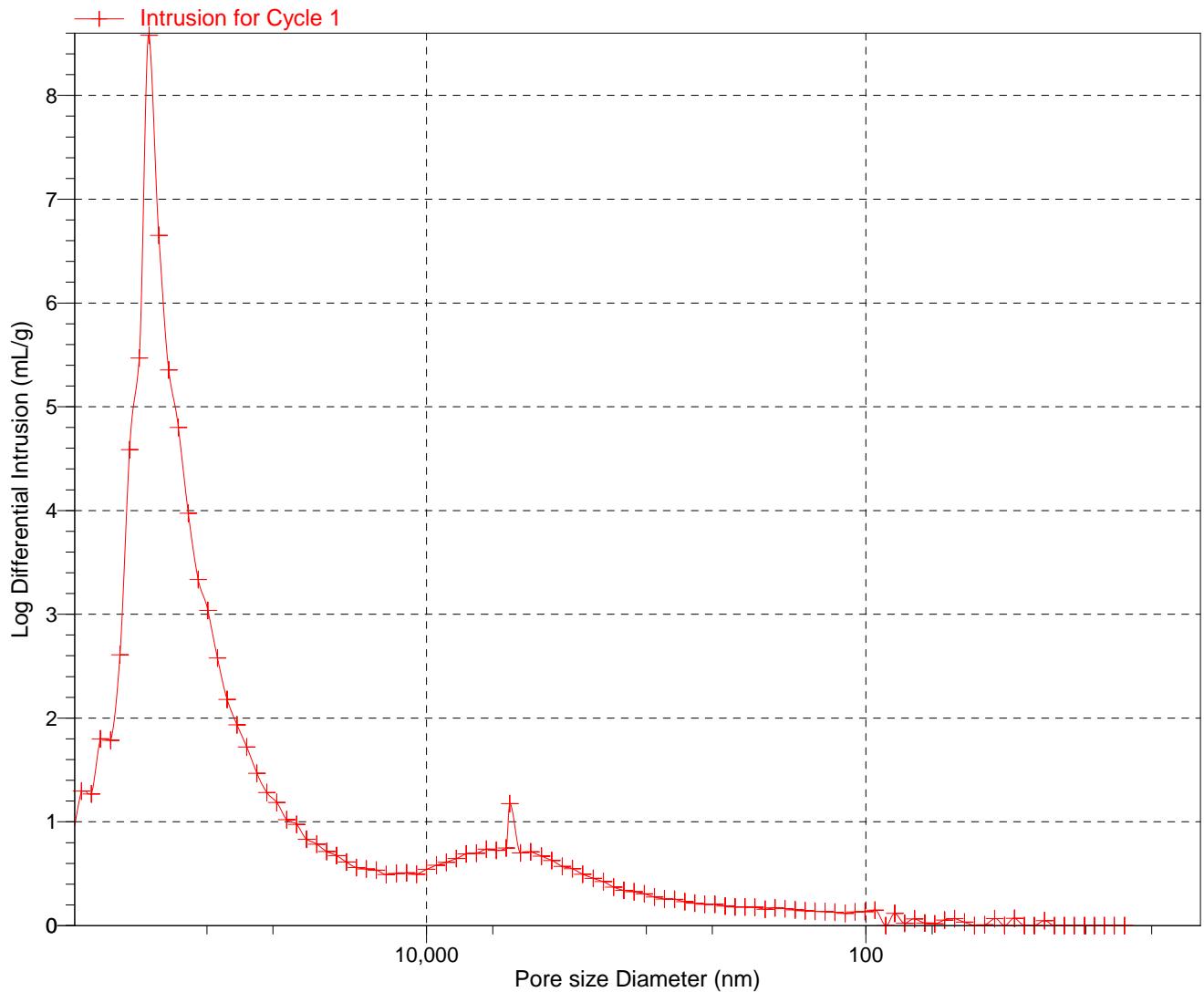
Report Time: 02/02/2015 10:30:40

Sample Weight: 0.1640 g

Correction Type: None

Show Neg. Int: No

Log Differential Intrusion vs Pore size



CIEMAT - Laboratorio de Petrofísica

AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 1

Sample ID: P-1 Sin tratamiento

Operator: A. M.G.

Submitter: RM

File: R:\SUELOS\POROSI~1\000-006.SMP

LP Analysis Time: 15/01/2015 12:23:50

HP Analysis Time: 15/01/2015 13:37:03

Report Time: 23/01/2015 14:01:39

Sample Weight: 0.1435 g

Correction Type: None

Show Neg. Int: No

Summary Report

Penetrometer parameters

Penetrometer:	16-0302 3cc polvo 1.12 - 1.19 - 4.68		
Pen. Constant:	22.065 $\mu\text{L/pF}$	Pen. Weight:	61.7899 g
Stem Volume:	1.1900 mL	Max. Head Pressure:	0.032267 MPa
Pen. Volume:	4.0428 mL	Assembly Weight:	107.5703 g

Hg Parameters

Adv. Contact Angle:	139.000 degrees	Rec. Contact Angle:	139.000 degrees
Hg Surface Tension:	485.000 dynes/cm	Hg Density:	13.5335 g/mL

User Parameters

Param 1:	N/A	Param 2:	N/A	Param 3:	N/A
----------	-----	----------	-----	----------	-----

Low Pressure:

Evacuation Pressure:	50 μmHg
Evacuation Time:	5 mins
Mercury Filling Pressure:	0.0026 MPa
Equilibration Time:	10 secs

High Pressure:

Equilibration Time:	10 secs
---------------------	---------

No Blank Correction

(From Pressure 0.0007 to 413.6854 MPa)

Intrusion Data Summary

Total Intrusion Volume =	4.0182 mL/g
Total Pore Area =	6.185 m^2/g
Median Pore Diameter (Volume) =	133521.2 nm
Median Pore Diameter (Area) =	93.3 nm
Average Pore Diameter (4V/A) =	2598.6 nm
Bulk Density at 0.0026 MPa =	0.2140 g/mL
Apparent (skeletal) Density =	1.5259 g/mL
Porosity =	85.9776 %
Stem Volume Used =	49 %

Pore Structure Summary

Threshold Pressure:	0.0066 MPa (Calculated)
Characteristic length =	220173.5 nm
BET Surface Area =	200.0000 m^2/g
Pore shape exponent =	1.00
Tortuosity factor =	1.258
Tortuosity =	4.1555

CIEMAT - Laboratorio de Petrofísica

AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: P-1 Sin tratamiento

Operator: A. M.G.

Submitter: RM

File: R:\SUELOS\POROSI~1\000-006.SMP

LP Analysis Time: 15/01/2015 12:23:50

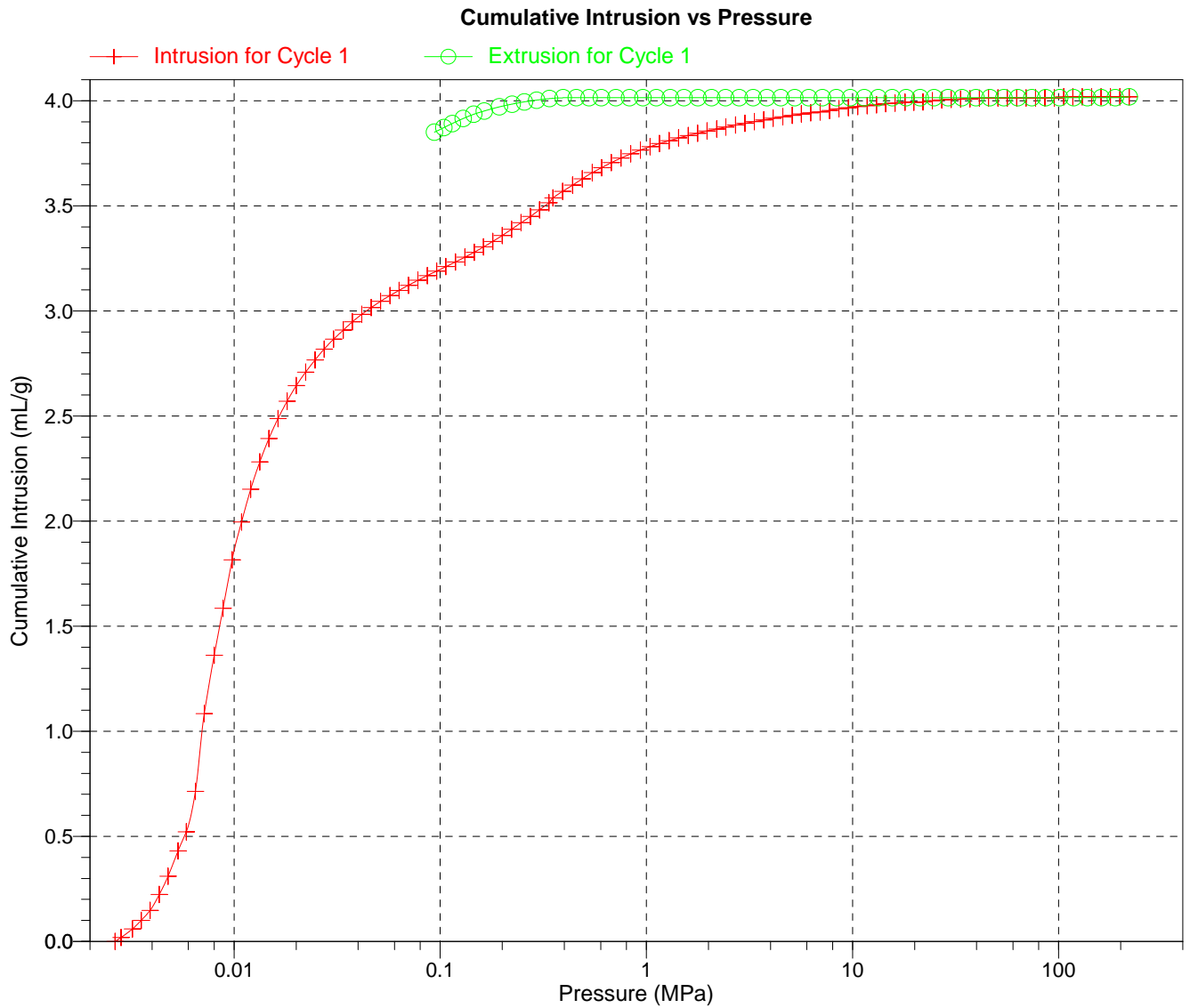
HP Analysis Time: 15/01/2015 13:37:03

Report Time: 23/01/2015 14:01:39

Sample Weight: 0.1435 g

Correction Type: None

Show Neg. Int: No



CIEMAT - Laboratorio de Petrofísica

AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: P-1 Sin tratamiento

Operator: A. M.G.

Submitter: RM

File: R:\SUELOS\POROSI~1\000-006.SMP

LP Analysis Time: 15/01/2015 12:23:50

HP Analysis Time: 15/01/2015 13:37:03

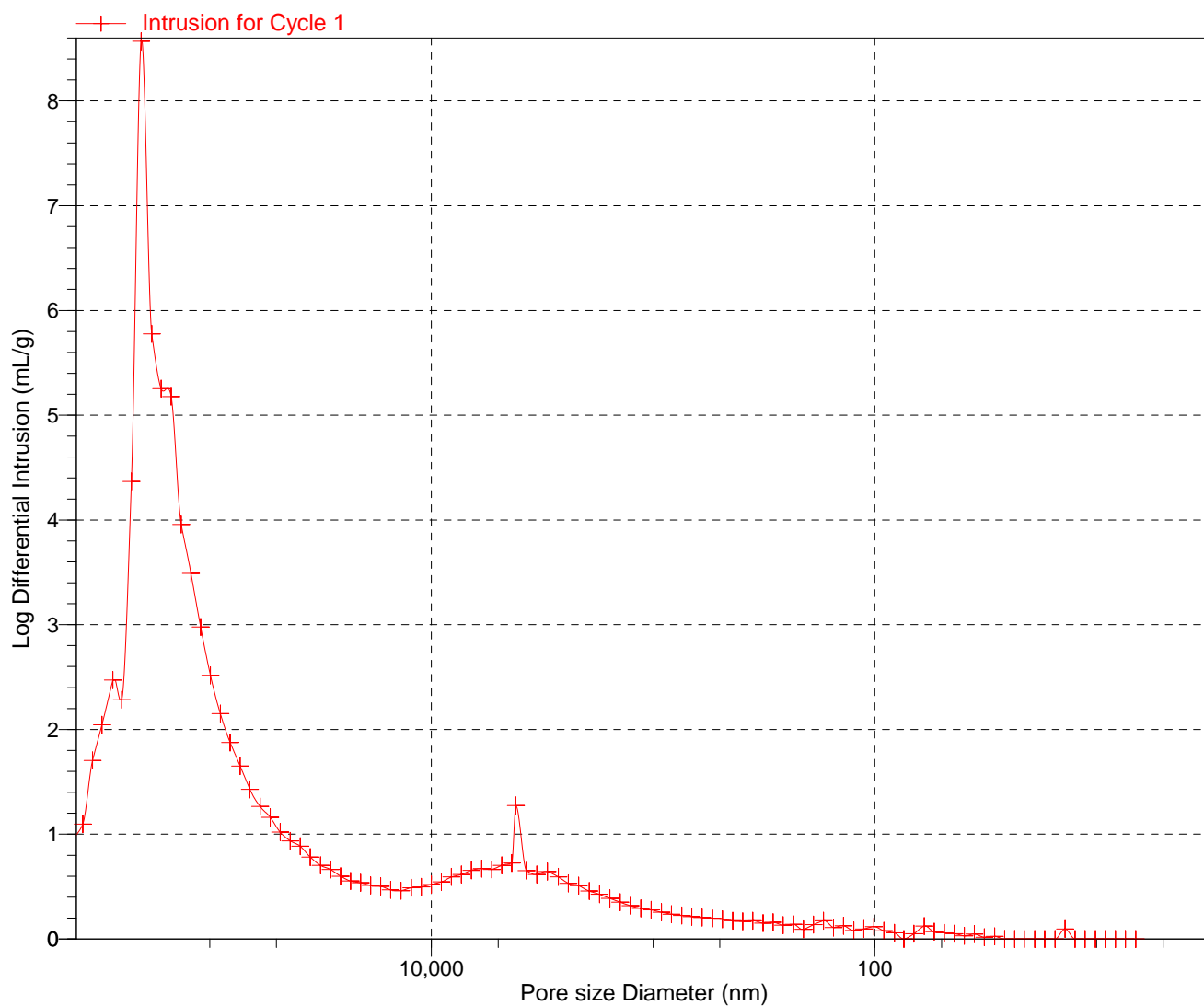
Report Time: 23/01/2015 14:01:39

Sample Weight: 0.1435 g

Correction Type: None

Show Neg. Int: No

Log Differential Intrusion vs Pore size



CIEMAT - Laboratorio de Petrofísica

AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 1

Sample ID: P-2 Liofilizada

Operator: A.M.G.

Submitter: RM

File: R:\SUELOS\POROSI~1\000-005.SMP

LP Analysis Time: 18/12/2014 11:52:21

HP Analysis Time: 18/12/2014 14:32:34

Report Time: 23/01/2015 14:01:39

Sample Weight: 0.1690 g

Correction Type: None

Show Neg. Int: No

Summary Report**Penetrometer parameters**

Penetrometer:	16-0302 3cc polvo 1.12 - 1.19 - 4.68		
Pen. Constant:	22.065 $\mu\text{L/pF}$	Pen. Weight:	61.4264 g
Stem Volume:	1.1900 mL	Max. Head Pressure:	0.032267 MPa
Pen. Volume:	4.0428 mL	Assembly Weight:	105.2851 g

Hg Parameters

Adv. Contact Angle:	139.000 degrees	Rec. Contact Angle:	139.000 degrees
Hg Surface Tension:	485.000 dynes/cm	Hg Density:	13.5335 g/mL

User Parameters

Param 1:	N/A	Param 2:	N/A	Param 3:	N/A
----------	-----	----------	-----	----------	-----

Low Pressure:

Evacuation Pressure:	50 μmHg
Evacuation Time:	5 mins
Mercury Filling Pressure:	0.0026 MPa
Equilibration Time:	10 secs

High Pressure:

Equilibration Time:	10 secs
---------------------	---------

No Blank Correction

(From Pressure 0.0007 to 413.6854 MPa)

Intrusion Data Summary

Total Intrusion Volume =	4.1751 mL/g
Total Pore Area =	7.587 m^2/g
Median Pore Diameter (Volume) =	90090.5 nm
Median Pore Diameter (Area) =	96.5 nm
Average Pore Diameter (4V/A) =	2201.1 nm
Bulk Density at 0.0026 MPa =	0.2075 g/mL
Apparent (skeletal) Density =	1.5513 g/mL
Porosity =	86.6254 %
Stem Volume Used =	60 %

Pore Structure Summary

Threshold Pressure:	0.0083 MPa (Calculated)
Characteristic length =	177328.1 nm
BET Surface Area =	200.0000 m^2/g
Pore shape exponent =	1.00
Tortuosity factor =	1.251
Tortuosity =	4.8523

CIEMAT - Laboratorio de Petrofísica

AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: P-2 Liofilizada

Operator: A.M.G.

Submitter: RM

File: R:\SUELOS\POROSI~1\000-005.SMP

LP Analysis Time: 18/12/2014 11:52:21

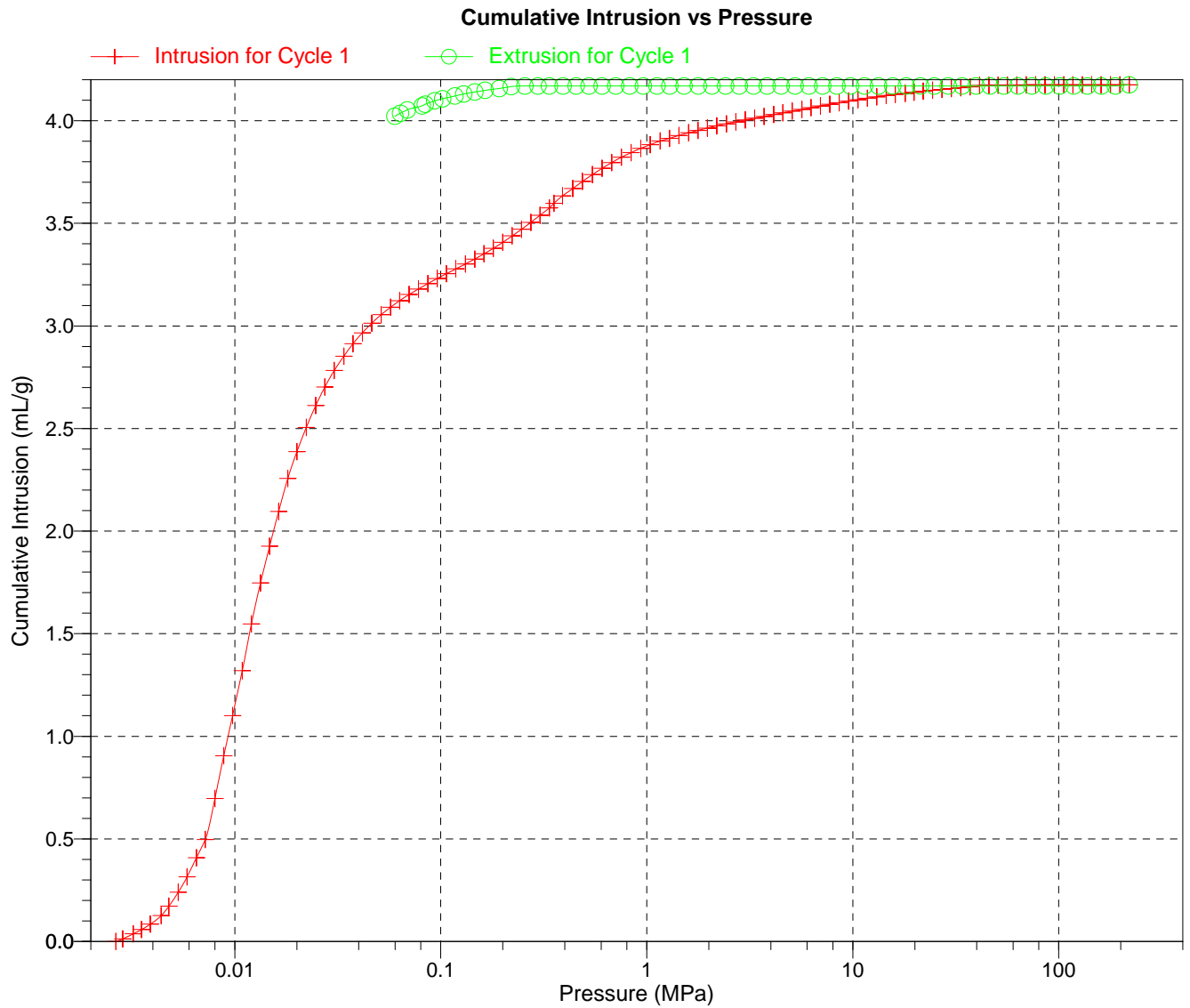
HP Analysis Time: 18/12/2014 14:32:34

Report Time: 23/01/2015 14:01:39

Sample Weight: 0.1690 g

Correction Type: None

Show Neg. Int: No



CIEMAT - Laboratorio de Petrofísica

AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: P-2 Liofilizada

Operator: A.M.G.

Submitter: RM

File: R:\SUELOS\POROSI~1\000-005.SMP

LP Analysis Time: 18/12/2014 11:52:21

HP Analysis Time: 18/12/2014 14:32:34

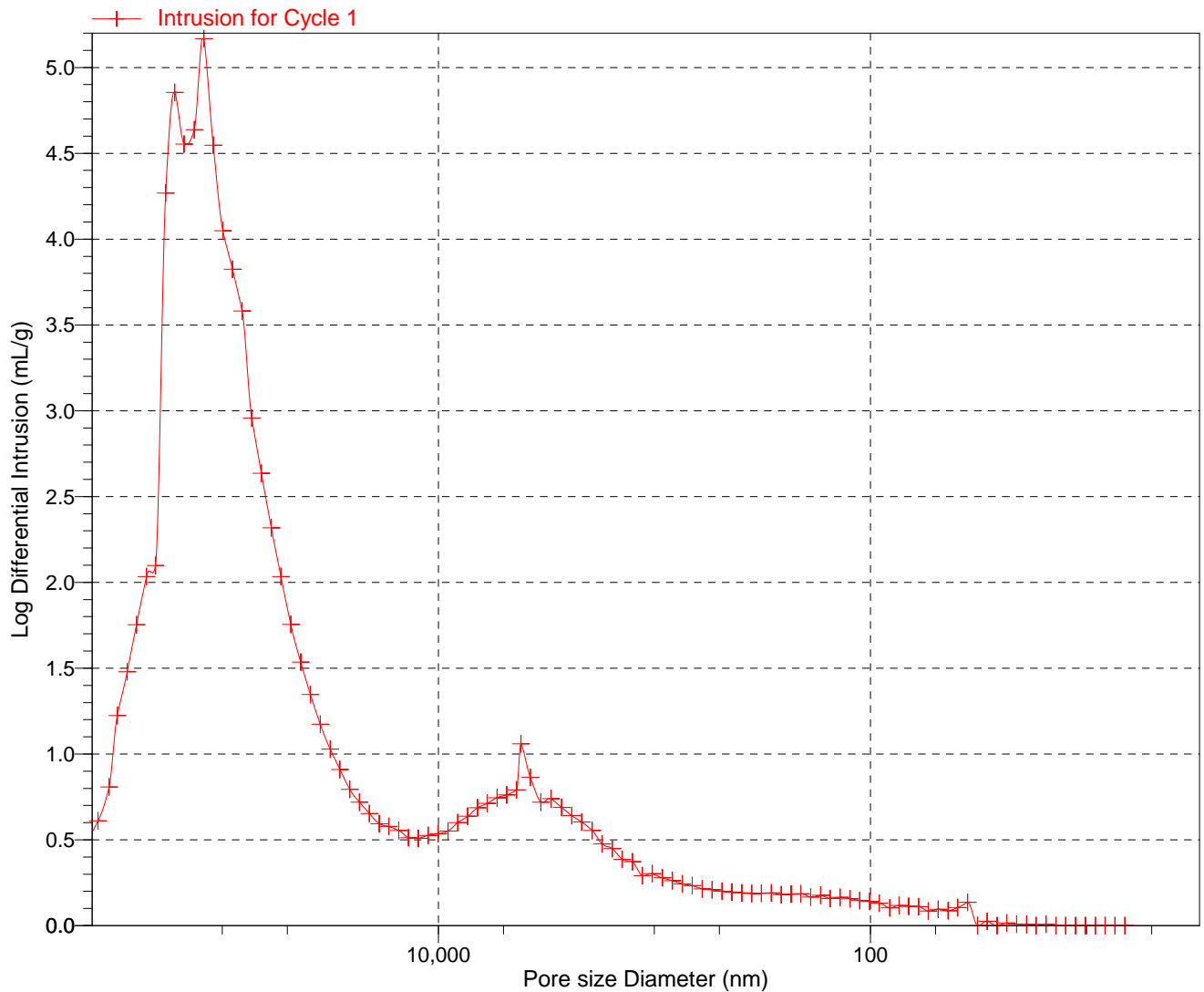
Report Time: 23/01/2015 14:01:39

Sample Weight: 0.1690 g

Correction Type: None

Show Neg. Int: No

Log Differential Intrusion vs Pore size



CIEMAT - Laboratorio de Petrofísica

AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 1

Sample ID: P-2 Sin Tratamiento

Operator: A. M.G.

Submitter: RM

File: R:\SUELOS\POROSI~1\000-003.SMP

LP Analysis Time: 17/12/2014 10:38:49

HP Analysis Time: 17/12/2014 11:57:03

Report Time: 23/01/2015 14:01:38

Sample Weight: 0.1744 g

Correction Type: None

Show Neg. Int: No

Summary Report

Penetrometer parameters

Penetrometer:	16-0302 3cc polvo 1.12 - 1.19 - 4.68		
Pen. Constant:	22.065 $\mu\text{L/pF}$	Pen. Weight:	61.5362 g
Stem Volume:	1.1900 mL	Max. Head Pressure:	0.032267 MPa
Pen. Volume:	4.0428 mL	Assembly Weight:	104.9012 g

Hg Parameters

Adv. Contact Angle:	139.000 degrees	Rec. Contact Angle:	139.000 degrees
Hg Surface Tension:	485.000 dynes/cm	Hg Density:	13.5335 g/mL

User Parameters

Param 1:	N/A	Param 2:	N/A	Param 3:	N/A
----------	-----	----------	-----	----------	-----

Low Pressure:

Evacuation Pressure:	50 μmHg
Evacuation Time:	5 mins
Mercury Filling Pressure:	0.0026 MPa
Equilibration Time:	10 secs

High Pressure:

Equilibration Time:	10 secs
---------------------	---------

No Blank Correction

(From Pressure 0.0007 to 413.6854 MPa)

Intrusion Data Summary

Total Intrusion Volume =	4.2185 mL/g
Total Pore Area =	7.781 m^2/g
Median Pore Diameter (Volume) =	121659.8 nm
Median Pore Diameter (Area) =	80.6 nm
Average Pore Diameter (4V/A) =	2168.5 nm
Bulk Density at 0.0026 MPa =	0.2048 g/mL
Apparent (skeletal) Density =	1.5072 g/mL
Porosity =	86.4096 %
Stem Volume Used =	62 %

Pore Structure Summary

Threshold Pressure:	0.0091 MPa (Calculated)
Characteristic length =	160719.1 nm
BET Surface Area =	200.0000 m^2/g
Pore shape exponent =	1.00
Tortuosity factor =	1.254
Tortuosity =	4.7114

CIEMAT - Laboratorio de Petrofísica

AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: P-2 Sin Tratamiento

Operator: A. M.G.

Submitter: RM

File: R:\SUELOS\POROSI~1\000-003.SMP

LP Analysis Time: 17/12/2014 10:38:49

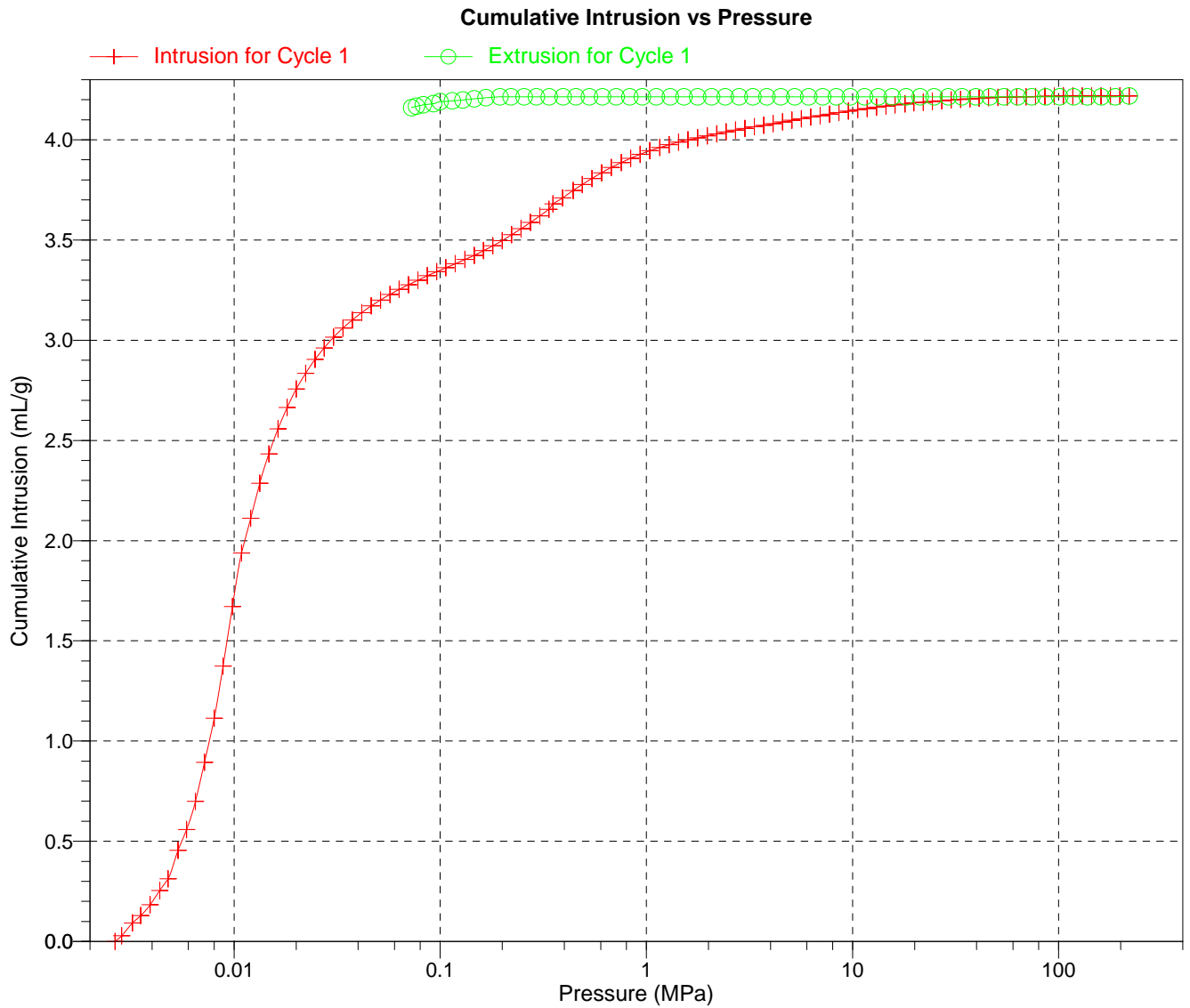
HP Analysis Time: 17/12/2014 11:57:03

Report Time: 23/01/2015 14:01:38

Sample Weight: 0.1744 g

Correction Type: None

Show Neg. Int: No



CIEMAT - Laboratorio de Petrofísica

AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: P-2 Sin Tratamiento

Operator: A. M.G.

Submitter: RM

File: R:\SUELOS\POROSI~1\000-003.SMP

LP Analysis Time: 17/12/2014 10:38:49

HP Analysis Time: 17/12/2014 11:57:03

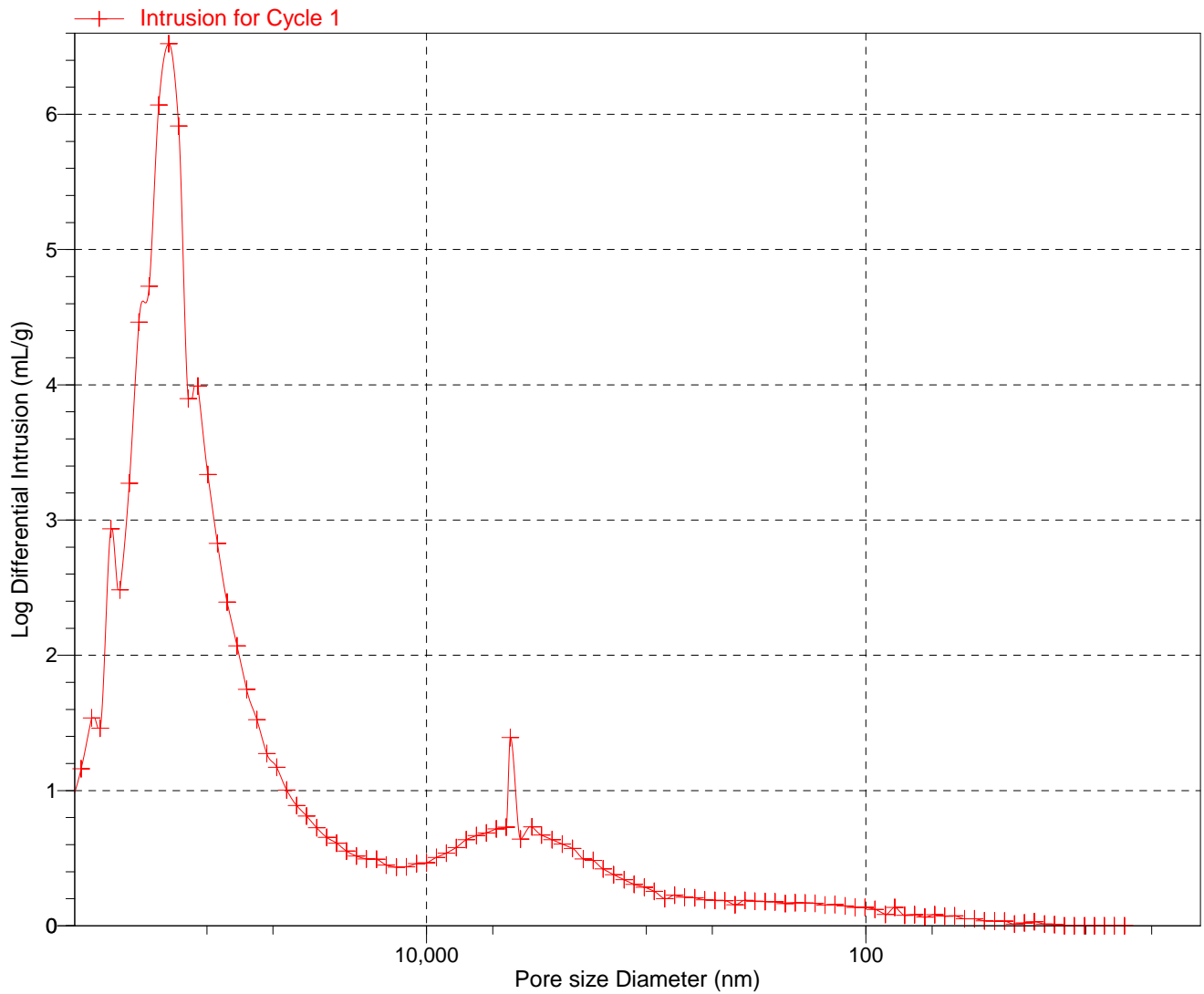
Report Time: 23/01/2015 14:01:38

Sample Weight: 0.1744 g

Correction Type: None

Show Neg. Int: No

Log Differential Intrusion vs Pore size



Anexo II

Resultados del análisis mediante adsorción de N₂

Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 1

Sample: P1 Liofilizada
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-003.SMP

Started: 18/12/2014 7:56:12	Analysis Adsorptive: N2
Completed: 18/12/2014 11:43:44	Analysis Bath Temp.: -196.294 °C
Report Time: 27/01/2015 14:52:47	Thermal Correction: No
Sample Mass: 0.6166 g	Warm Free Space: 16.3095 cm ³ Measured
Cold Free Space: 47.9149 cm ³	Equilibration Interval: 10 s
Low Pressure Dose: None	Automatic Degas: Yes

Summary Report

Surface Area

Single point surface area at $P/P_o = 0.200329685$: 1.8085 m²/g

BET Surface Area: 2.0021 m²/g

Langmuir Surface Area: 2.9079 m²/g

t-Plot External Surface Area: 2.2660 m²/g

BJH Adsorption cumulative surface area of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 2.109 m²/g

BJH Desorption cumulative surface area of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 3.6385 m²/g

Pore Volume

Single point adsorption total pore volume of pores
less than 37.3405 nm radius at $P/P_o = 0.973383102$: 0.008061 cm³/g

t-Plot micropore volume: -0.000189 cm³/g

BJH Adsorption cumulative volume of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 0.012786 cm³/g

BJH Desorption cumulative volume of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 0.012772 cm³/g

Pore Size

Adsorption average pore width (4V/A by single point): 17.82944 nm

BJH Adsorption average pore radius (2V/A): 12.1234 nm

BJH Desorption average pore radius (2V/A): 7.0203 nm

Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

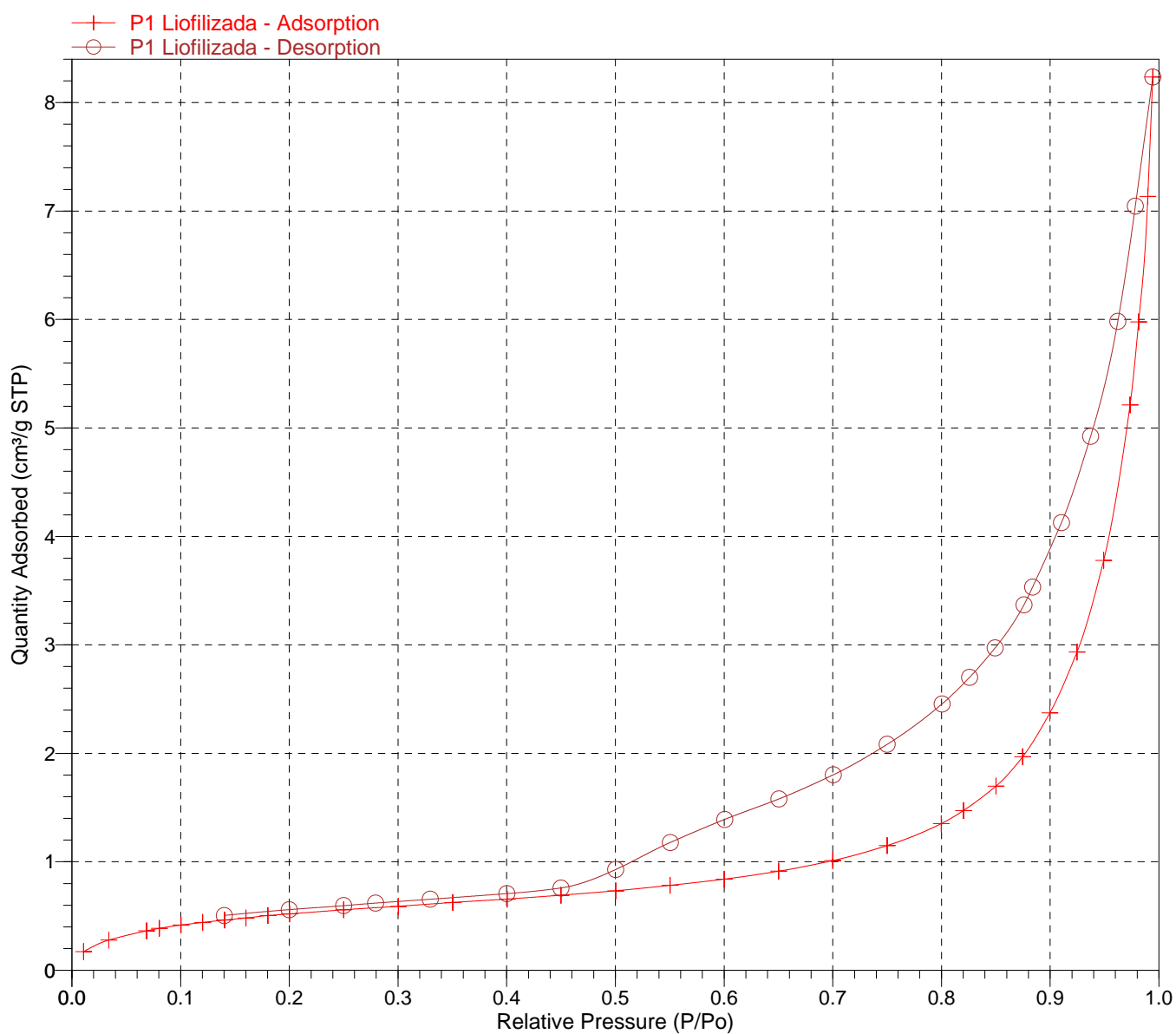
Page 2

Sample: P1 Liofilizada
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-003.SMP

Started: 18/12/2014 7:56:12
Completed: 18/12/2014 11:43:44
Report Time: 27/01/2015 14:52:47
Sample Mass: 0.6166 g
Cold Free Space: 47.9149 cm³
Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
Analysis Bath Temp.: -196.294 °C
Thermal Correction: No
Warm Free Space: 16.3095 cm³ Measured
Equilibration Interval: 10 s
Automatic Degas: Yes

Isotherm Linear Plot



Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 3

Sample: P1 Liofilizada
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-003.SMP

Started: 18/12/2014 7:56:12
Completed: 18/12/2014 11:43:44
Report Time: 27/01/2015 14:52:47
Sample Mass: 0.6166 g
Cold Free Space: 47.9149 cm³
Low Pressure Dose: None
Analysis Adsorptive: N2
Analysis Bath Temp.: -196.294 °C
Thermal Correction: No
Warm Free Space: 16.3095 cm³ Measured
Equilibration Interval: 10 s
Automatic Degas: Yes

t-Plot Report

Micropore Volume: -0.000189 cm³/g
Micropore Area: *
External Surface Area: 2.2660 m²/g
Slope: 1.464948 ± 0.049499 cm³/g·nm STP
Y-Intercept: -0.122302 ± 0.020133 cm³/g STP
Correlation Coefficient: 0.996592
Surface Area Correction Factor: 1.000
Density Conversion Factor: 0.0015468
Total Surface Area (BET): 2.0021 m²/g
Thickness Range: 0.35000 nm to 0.50000 nm
Thickness Equation: Harkins and Jura
$$t = [13.99 / (0.034 - \log(P/P_o))] ^{0.5}$$

Relative Pressure (P/P _o)	Statistical Thickness (nm)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)
0.010802140	0.26445	0.1712
0.033940997	0.30506	0.2786
0.068716698	0.34188	0.3633
0.080323379	0.35199	0.3867
0.100399241	0.36814	0.4165
0.120340044	0.38303	0.4408
0.140339872	0.39718	0.4629
0.160202354	0.41072	0.4817
0.180292019	0.42405	0.5043
0.200329685	0.43710	0.5195
0.250109356	0.46906	0.5575
0.300393308	0.50148	0.5900
0.350371646	0.53462	0.6250
0.400366586	0.56937	0.6564
0.450035259	0.60616	0.6922
0.500162586	0.64634	0.7330
0.550181424	0.69041	0.7831
0.600165020	0.73964	0.8401
0.650158639	0.79567	0.9134

* The micropore area is not reported because either the micropore volume is negative or the calculated external surface area is larger than the total surface area.

Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

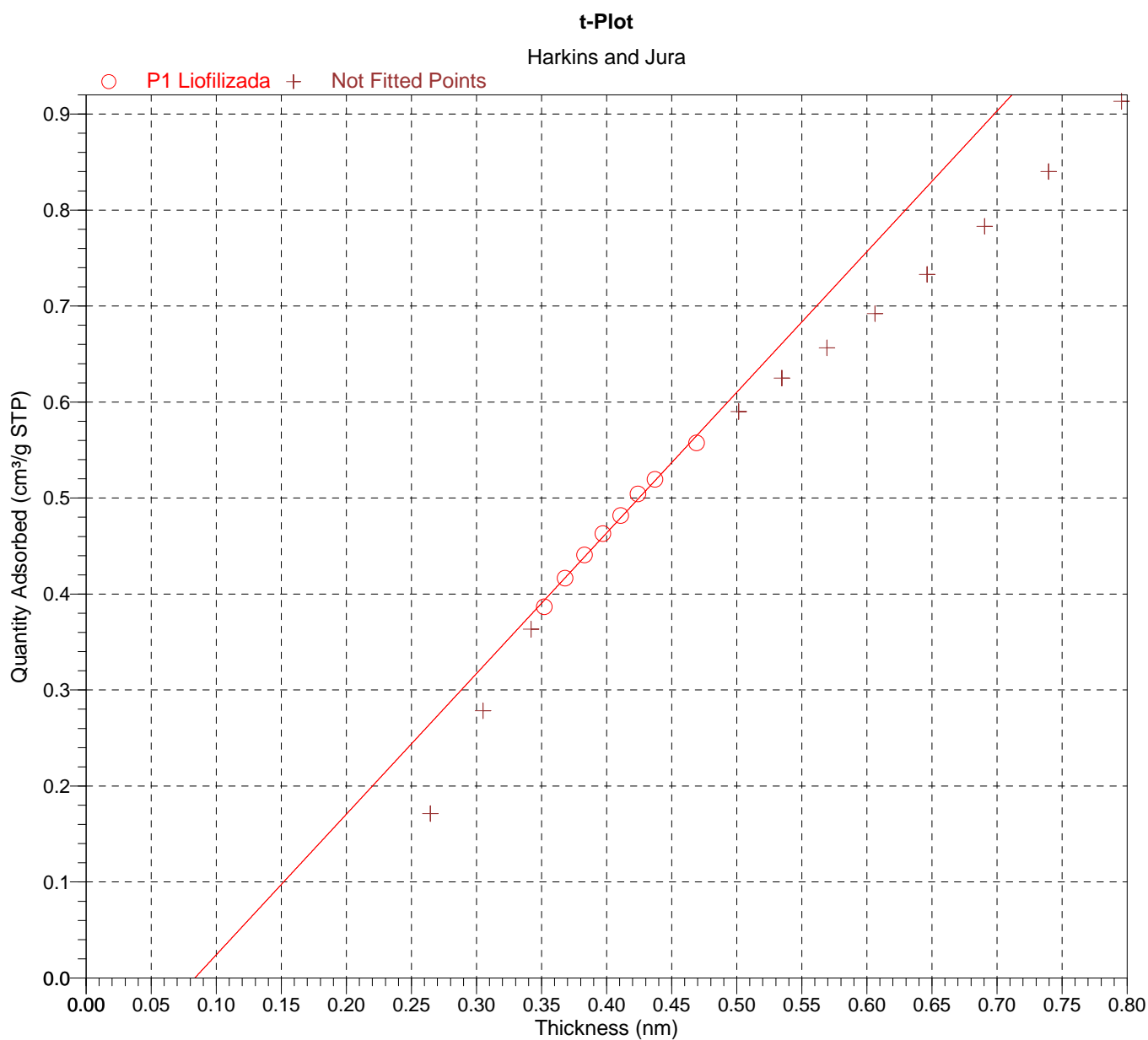
Serial #: 871

Page 4

Sample: P1 Liofilizada
 Operator: A.M.G
 Submitter: RM
 File: R:\SUELOS\ASAP\000-003.SMP

Started: 18/12/2014 7:56:12
 Completed: 18/12/2014 11:43:44
 Report Time: 27/01/2015 14:52:48
 Sample Mass: 0.6166 g
 Cold Free Space: 47.9149 cm³
 Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
 Analysis Bath Temp.: -196.294 °C
 Thermal Correction: No
 Warm Free Space: 16.3095 cm³ Measured
 Equilibration Interval: 10 s
 Automatic Degas: Yes



Laboratorio Petrofisica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 5

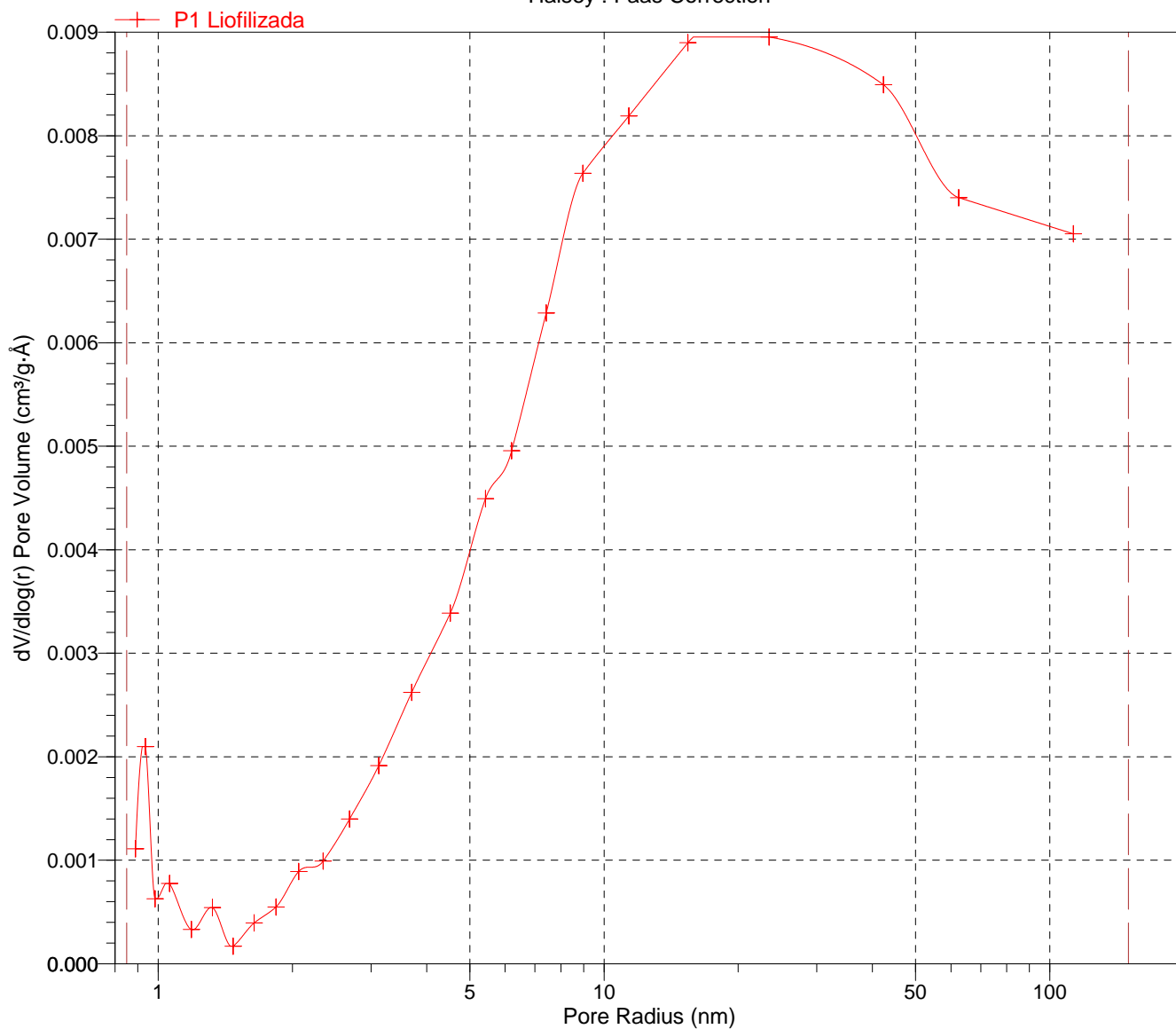
Sample: P1 Liofilizada
 Operator: A.M.G
 Submitter: RM
 File: R:\SUELOS\ASAP\000-003.SMP

Started: 18/12/2014 7:56:12
 Completed: 18/12/2014 11:43:44
 Report Time: 27/01/2015 14:52:48
 Sample Mass: 0.6166 g
 Cold Free Space: 47.9149 cm³
 Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
 Analysis Bath Temp.: -196.294 °C
 Thermal Correction: No
 Warm Free Space: 16.3095 cm³ Measured
 Equilibration Interval: 10 s
 Automatic Degas: Yes

BJH Adsorption $dV/d\log(r)$ Pore Volume

Halsey : Faas Correction



Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 6

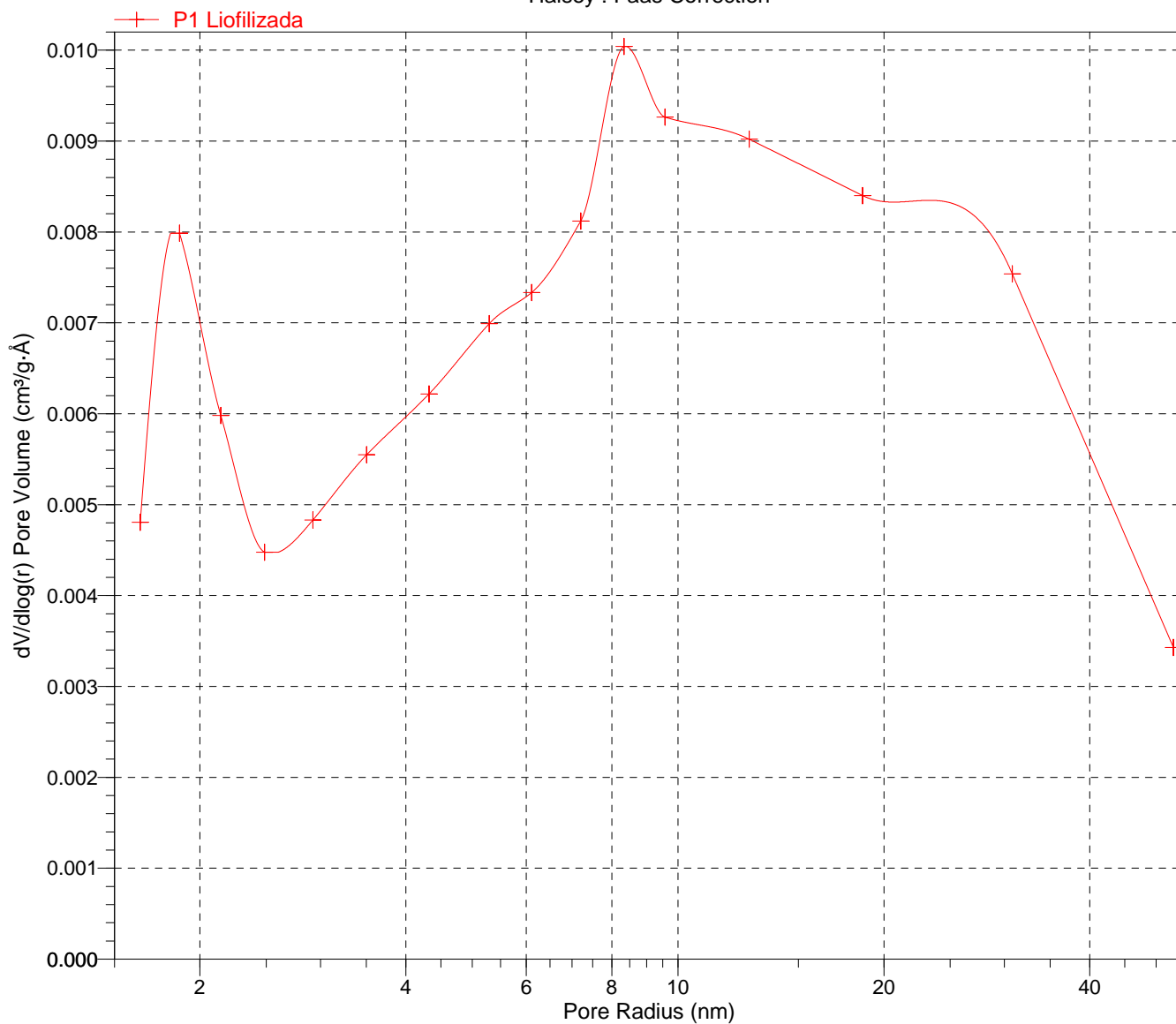
Sample: P1 Liofilizada
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-003.SMP

Started: 18/12/2014 7:56:12
Completed: 18/12/2014 11:43:44
Report Time: 27/01/2015 14:52:48
Sample Mass: 0.6166 g
Cold Free Space: 47.9149 cm³
Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
Analysis Bath Temp.: -196.294 °C
Thermal Correction: No
Warm Free Space: 16.3095 cm³ Measured
Equilibration Interval: 10 s
Automatic Degas: Yes

BJH Desorption $dV/d\log(r)$ Pore Volume

Halsey : Faas Correction



Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 1

Sample: P1 Sin tratamiento
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-001.SMP

Started: 16/12/2014 8:02:38	Analysis Adsorptive: N2
Completed: 16/12/2014 11:57:18	Analysis Bath Temp.: -196.385 °C
Report Time: 27/01/2015 14:58:56	Thermal Correction: No
Sample Mass: 0.6426 g	Warm Free Space: 16.5778 cm ³ Measured
Cold Free Space: 49.0250 cm ³	Equilibration Interval: 10 s
Low Pressure Dose: None	Automatic Degas: Yes

Summary Report

Surface Area

Single point surface area at $P/P_o = 0.200224465$: 2.1020 m²/g

BET Surface Area: 2.3487 m²/g

Langmuir Surface Area: 3.4323 m²/g

t-Plot External Surface Area: 2.7221 m²/g

BJH Adsorption cumulative surface area of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 2.487 m²/g

BJH Desorption cumulative surface area of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 3.9463 m²/g

Pore Volume

Single point adsorption total pore volume of pores
less than 35.0492 nm radius at $P/P_o = 0.971600348$: 0.009089 cm³/g

t-Plot micropore volume: -0.000259 cm³/g

BJH Adsorption cumulative volume of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 0.015690 cm³/g

BJH Desorption cumulative volume of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 0.015672 cm³/g

Pore Size

Adsorption average pore width (4V/A by single point): 17.29656 nm

BJH Adsorption average pore radius (2V/A): 12.6156 nm

BJH Desorption average pore radius (2V/A): 7.9427 nm

Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

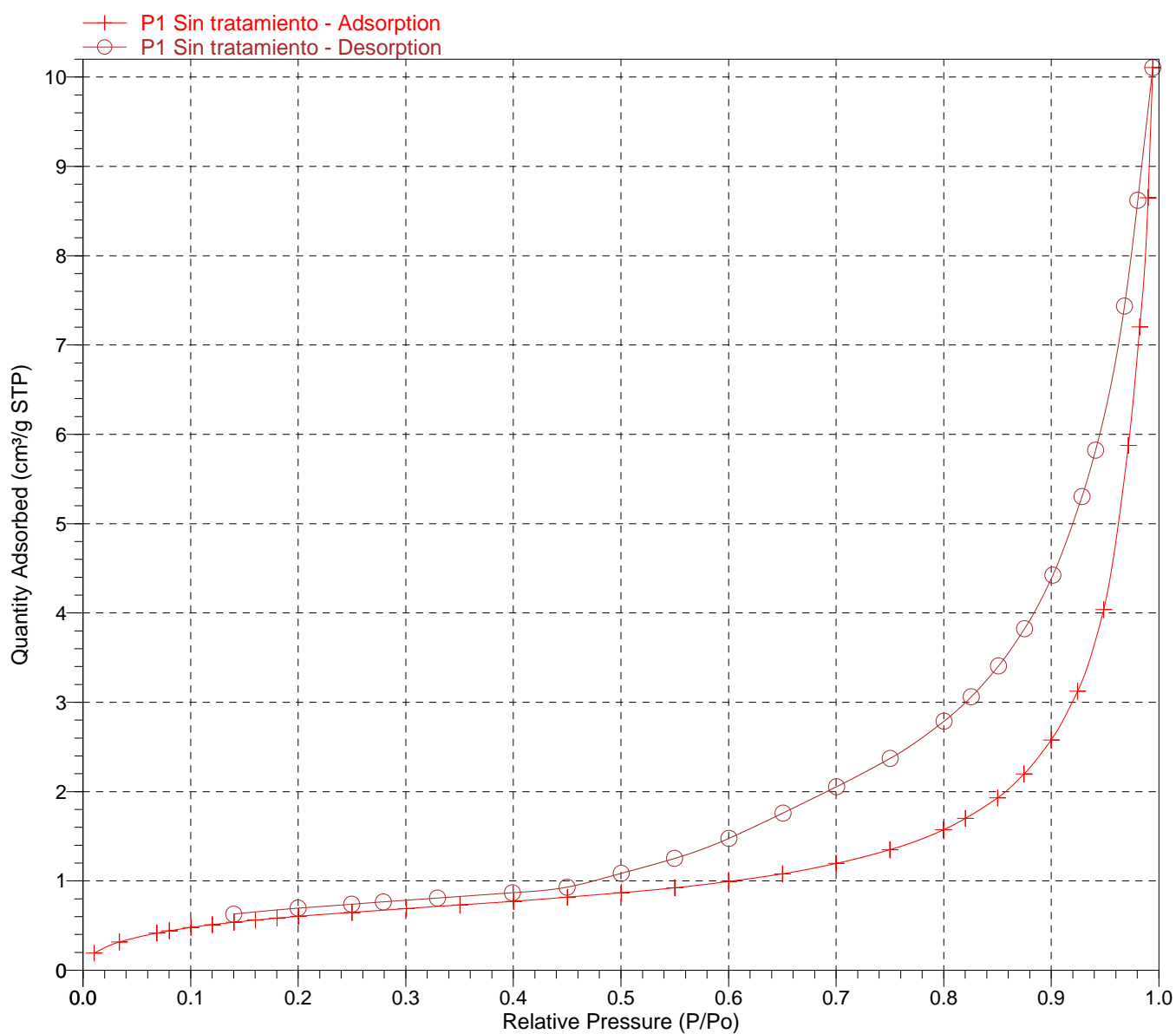
Page 2

Sample: P1 Sin tratamiento
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-001.SMP

Started: 16/12/2014 8:02:38
Completed: 16/12/2014 11:57:18
Report Time: 27/01/2015 14:58:56
Sample Mass: 0.6426 g
Cold Free Space: 49.0250 cm³
Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
Analysis Bath Temp.: -196.385 °C
Thermal Correction: No
Warm Free Space: 16.5778 cm³ Measured
Equilibration Interval: 10 s
Automatic Degas: Yes

Isotherm Linear Plot



Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 3

Sample: P1 Sin tratamiento
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-001.SMP

Started: 16/12/2014 8:02:38
Completed: 16/12/2014 11:57:18
Report Time: 27/01/2015 14:58:56
Sample Mass: 0.6426 g
Cold Free Space: 49.0250 cm³
Low Pressure Dose: None
Analysis Adsorptive: N2
Analysis Bath Temp.: -196.385 °C
Thermal Correction: No
Warm Free Space: 16.5778 cm³ Measured
Equilibration Interval: 10 s
Automatic Degas: Yes

t-Plot Report

Micropore Volume: -0.000259 cm³/g
Micropore Area: *
External Surface Area: 2.7221 m²/g
Slope: 1.759834 ± 0.072158 cm³/g·nm STP
Y-Intercept: -0.167332 ± 0.029346 cm³/g STP
Correlation Coefficient: 0.994994
Surface Area Correction Factor: 1.000
Density Conversion Factor: 0.0015468
Total Surface Area (BET): 2.3487 m²/g
Thickness Range: 0.35000 nm to 0.50000 nm
Thickness Equation: Harkins and Jura
$$t = [13.99 / (0.034 - \log(P/P_o))] ^{0.5}$$

Relative Pressure (P/P _o)	Statistical Thickness (nm)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)
0.010412752	0.26340	0.1915
0.033728835	0.30479	0.3166
0.068520215	0.34170	0.4158
0.080171075	0.35186	0.4411
0.100297590	0.36806	0.4797
0.120147647	0.38289	0.5106
0.140254876	0.39712	0.5368
0.160257183	0.41076	0.5617
0.180315336	0.42406	0.5829
0.200224465	0.43703	0.6038
0.250089070	0.46904	0.6481
0.300564138	0.50159	0.6905
0.350361180	0.53461	0.7316
0.400167002	0.56923	0.7717
0.450120876	0.60623	0.8187
0.500233859	0.64640	0.8679
0.550045861	0.69029	0.9231
0.600079852	0.73955	0.9943
0.650079546	0.79557	1.0794

* The micropore area is not reported because either the micropore volume is negative or the calculated external surface area is larger than the total surface area.

Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 4

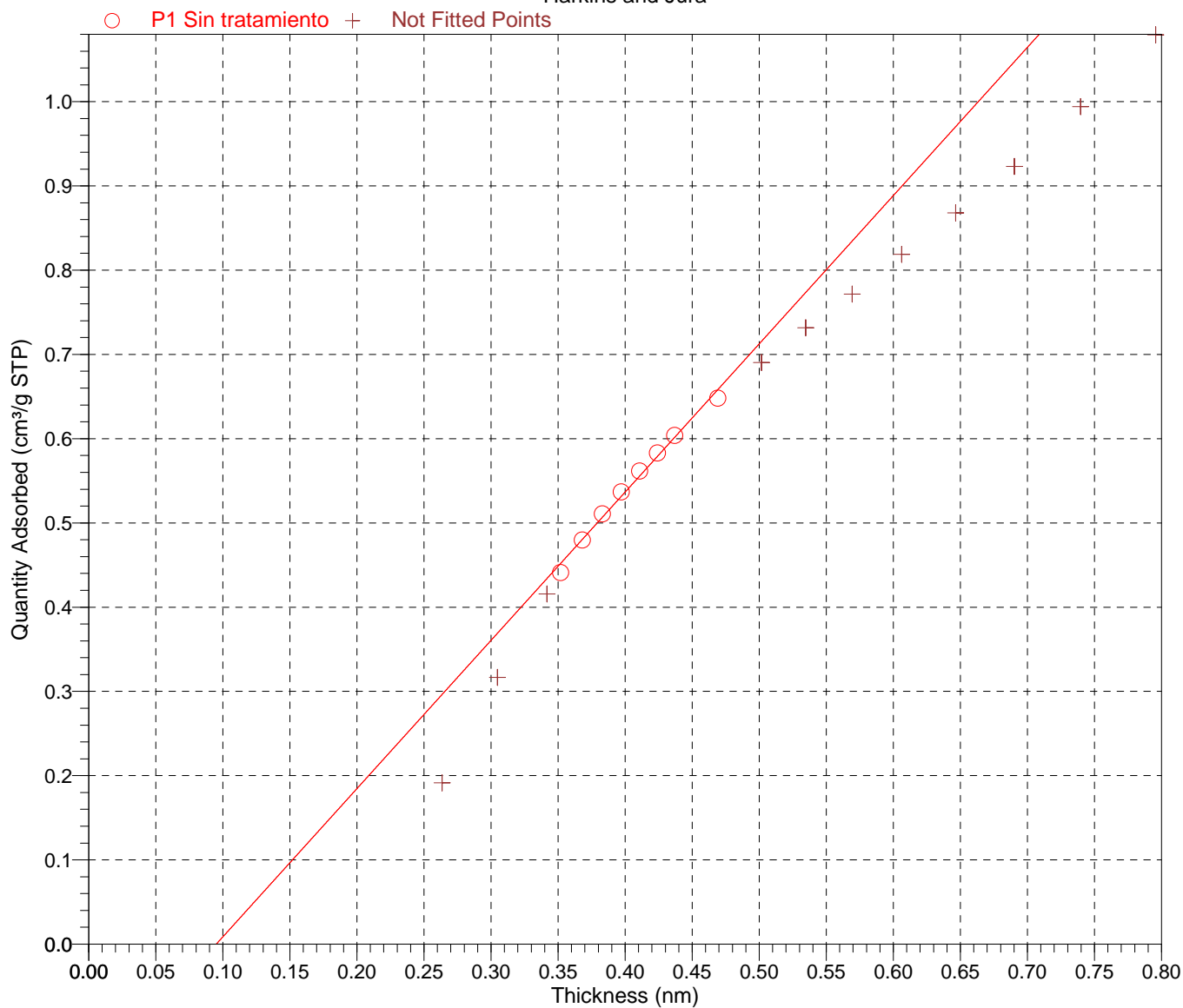
Sample: P1 Sin tratamiento
 Operator: A.M.G
 Submitter: RM
 File: R:\SUELOS\ASAP\000-001.SMP

Started: 16/12/2014 8:02:38
 Completed: 16/12/2014 11:57:18
 Report Time: 27/01/2015 14:58:56
 Sample Mass: 0.6426 g
 Cold Free Space: 49.0250 cm³
 Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
 Analysis Bath Temp.: -196.385 °C
 Thermal Correction: No
 Warm Free Space: 16.5778 cm³ Measured
 Equilibration Interval: 10 s
 Automatic Degas: Yes

t-Plot

Harkins and Jura



Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 5

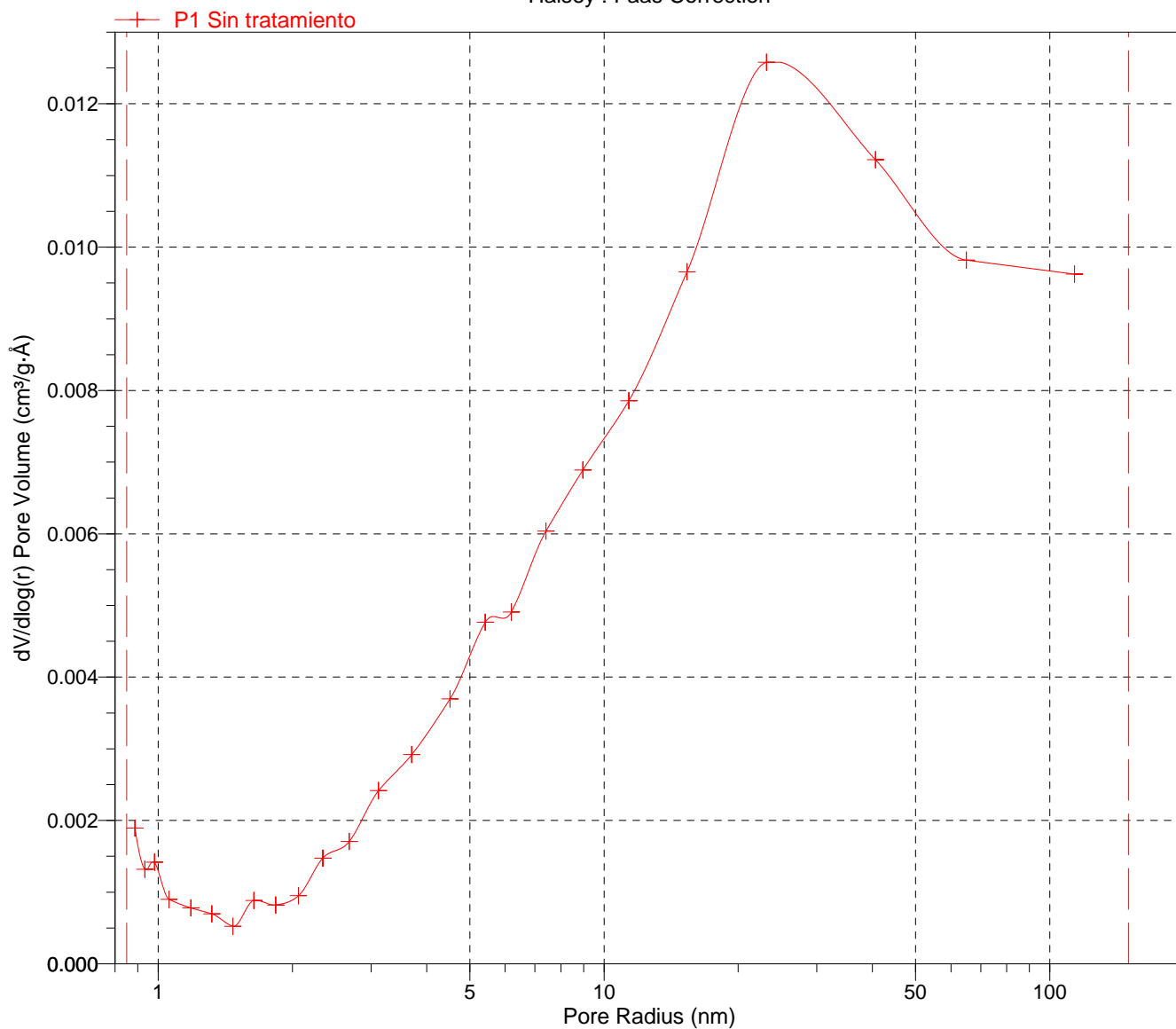
Sample: P1 Sin tratamiento
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-001.SMP

Started: 16/12/2014 8:02:38
Completed: 16/12/2014 11:57:18
Report Time: 27/01/2015 14:58:56
Sample Mass: 0.6426 g
Cold Free Space: 49.0250 cm³
Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
Analysis Bath Temp.: -196.385 °C
Thermal Correction: No
Warm Free Space: 16.5778 cm³ Measured
Equilibration Interval: 10 s
Automatic Degas: Yes

BJH Adsorption $dV/d\log(r)$ Pore Volume

Halsey : Faas Correction



Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 6

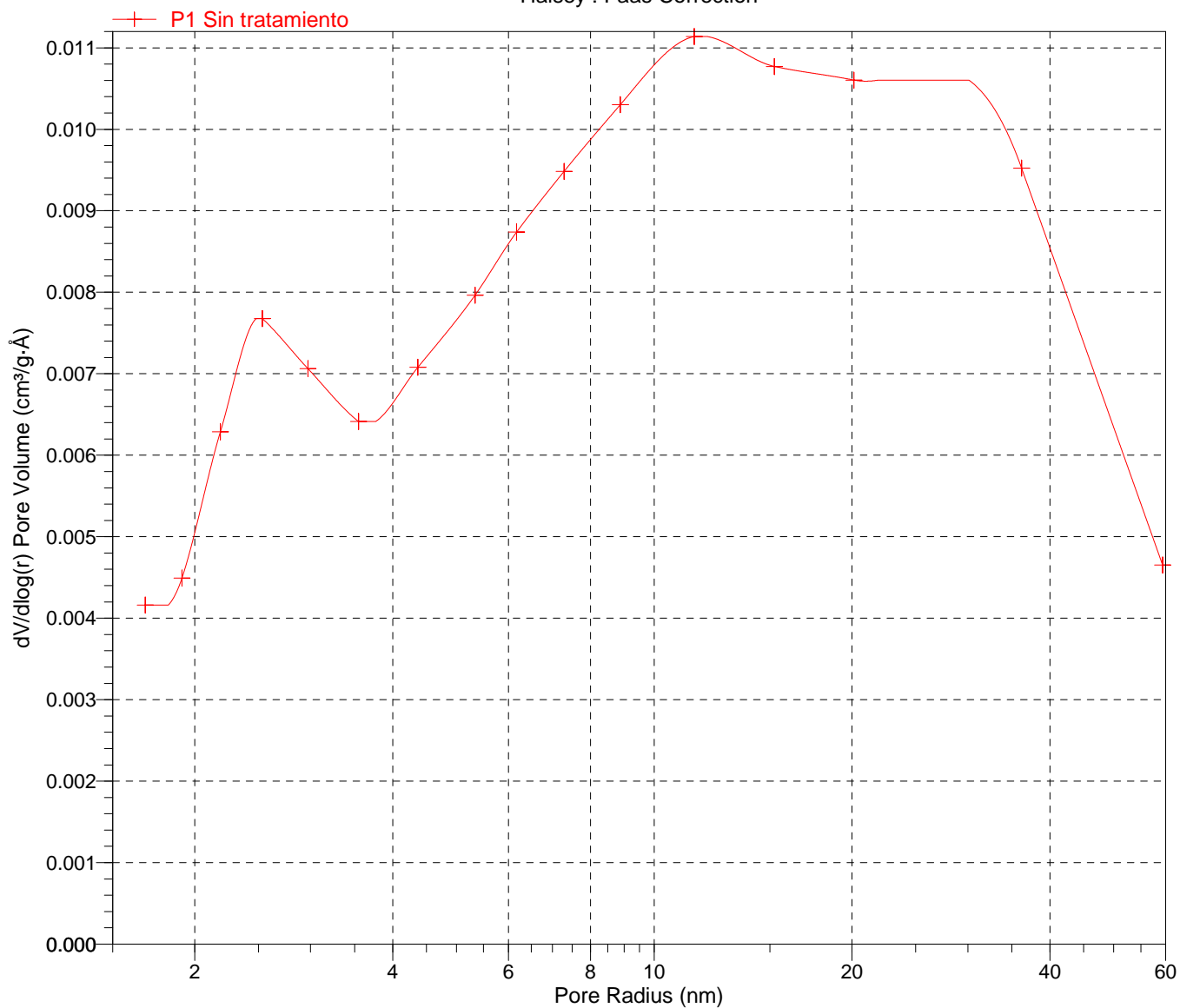
Sample: P1 Sin tratamiento
 Operator: A.M.G
 Submitter: RM
 File: R:\SUELOS\ASAP\000-001.SMP

Started: 16/12/2014 8:02:38
 Completed: 16/12/2014 11:57:18
 Report Time: 27/01/2015 14:58:56
 Sample Mass: 0.6426 g
 Cold Free Space: 49.0250 cm³
 Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
 Analysis Bath Temp.: -196.385 °C
 Thermal Correction: No
 Warm Free Space: 16.5778 cm³ Measured
 Equilibration Interval: 10 s
 Automatic Degas: Yes

BJH Desorption dV/dlog(r) Pore Volume

Halsey : Faas Correction



Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 1

Sample: P2 Liofilizada
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-004.SMP

Started: 13/01/2015 8:02:07	Analysis Adsorptive: N2
Completed: 13/01/2015 18:01:11	Analysis Bath Temp.: -196.330 °C
Report Time: 27/01/2015 14:52:48	Thermal Correction: No
Sample Mass: 0.5798 g	Warm Free Space: 16.6027 cm ³ Measured
Cold Free Space: 48.7278 cm ³	Equilibration Interval: 10 s
Low Pressure Dose: None	Automatic Degas: Yes

Summary Report

Surface Area

Single point surface area at $P/P_o = 0.201373920$: 50.0599 m²/g

BET Surface Area: 49.8442 m²/g

Langmuir Surface Area: 67.0886 m²/g

t-Plot Micropore Area: 25.6130 m²/g

t-Plot External Surface Area: 24.2312 m²/g

BJH Adsorption cumulative surface area of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 17.386 m²/g

BJH Desorption cumulative surface area of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 19.4614 m²/g

Pore Volume

Single point adsorption total pore volume of pores
less than 37.9702 nm radius at $P/P_o = 0.973834705$: 0.037873 cm³/g

t-Plot micropore volume: 0.011620 cm³/g

BJH Adsorption cumulative volume of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 0.031502 cm³/g

BJH Desorption cumulative volume of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 0.029520 cm³/g

Pore Size

Adsorption average pore width (4V/A by single point): 3.02619 nm

BJH Adsorption average pore radius (2V/A): 3.6239 nm

BJH Desorption average pore radius (2V/A): 3.0337 nm

Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

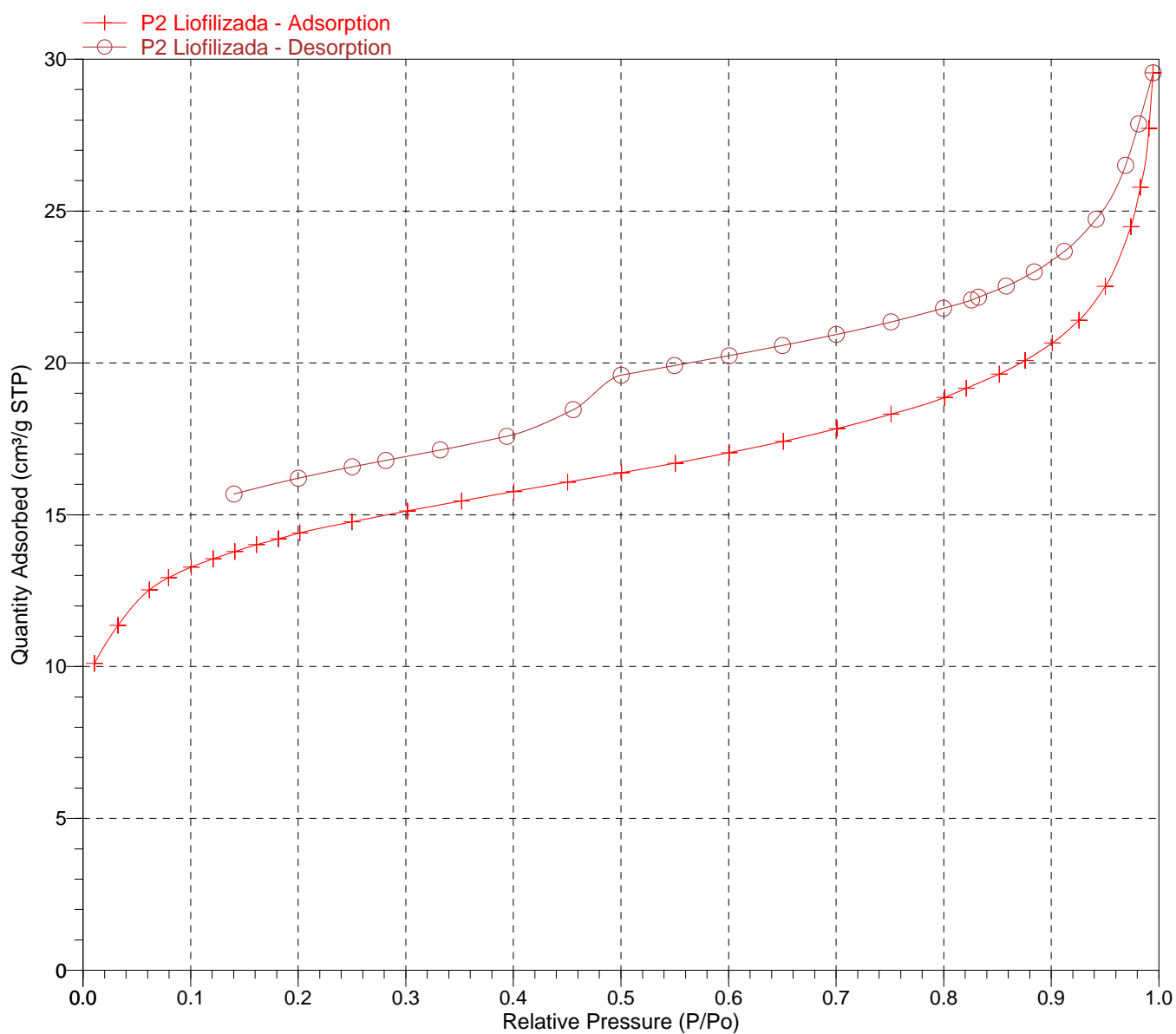
Page 2

Sample: P2 Liofilizada
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-004.SMP

Started: 13/01/2015 8:02:07
Completed: 13/01/2015 18:01:11
Report Time: 27/01/2015 14:52:48
Sample Mass: 0.5798 g
Cold Free Space: 48.7278 cm³
Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
Analysis Bath Temp.: -196.330 °C
Thermal Correction: No
Warm Free Space: 16.6027 cm³ Measured
Equilibration Interval: 10 s
Automatic Degas: Yes

Isotherm Linear Plot



Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 3

Sample: P2 Liofilizada
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-004.SMP

Started: 13/01/2015 8:02:07
Completed: 13/01/2015 18:01:11
Report Time: 27/01/2015 14:52:48
Sample Mass: 0.5798 g
Cold Free Space: 48.7278 cm³
Low Pressure Dose: None
Analysis Adsorptive: N2
Analysis Bath Temp.: -196.330 °C
Thermal Correction: No
Warm Free Space: 16.6027 cm³ Measured
Equilibration Interval: 10 s
Automatic Degas: Yes

t-Plot Report

Micropore Volume: 0.011620 cm³/g
Micropore Area: 25.6130 m²/g
External Surface Area: 24.2312 m²/g
Slope: 15.665365 ± 0.632191 cm³/g·nm STP
Y-Intercept: 7.512606 ± 0.257357 cm³/g STP
Correlation Coefficient: 0.995150
Surface Area Correction Factor: 1.000
Density Conversion Factor: 0.0015468
Total Surface Area (BET): 49.8442 m²/g
Thickness Range: 0.35000 nm to 0.50000 nm
Thickness Equation: Harkins and Jura
$$t = [13.99 / (0.034 - \log(P/P_o))] ^{0.5}$$

Relative Pressure (P/P _o)	Statistical Thickness (nm)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)
0.010466491	0.26355	10.1007
0.032465266	0.30312	11.3574
0.061549210	0.33525	12.5232
0.079364855	0.35118	12.9259
0.100697580	0.36837	13.2751
0.121001393	0.38350	13.5490
0.141115558	0.39772	13.7868
0.161371676	0.41150	14.0127
0.181553542	0.42487	14.2056
0.201373920	0.43777	14.3992
0.250063417	0.46903	14.7643
0.301717476	0.50234	15.1259
0.352010038	0.53573	15.4546
0.400532890	0.56949	15.7656
0.450530925	0.60654	16.0749
0.500570573	0.64668	16.3832
0.550609691	0.69081	16.6997
0.600647593	0.74014	17.0454
0.650844447	0.79649	17.4165

Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 4

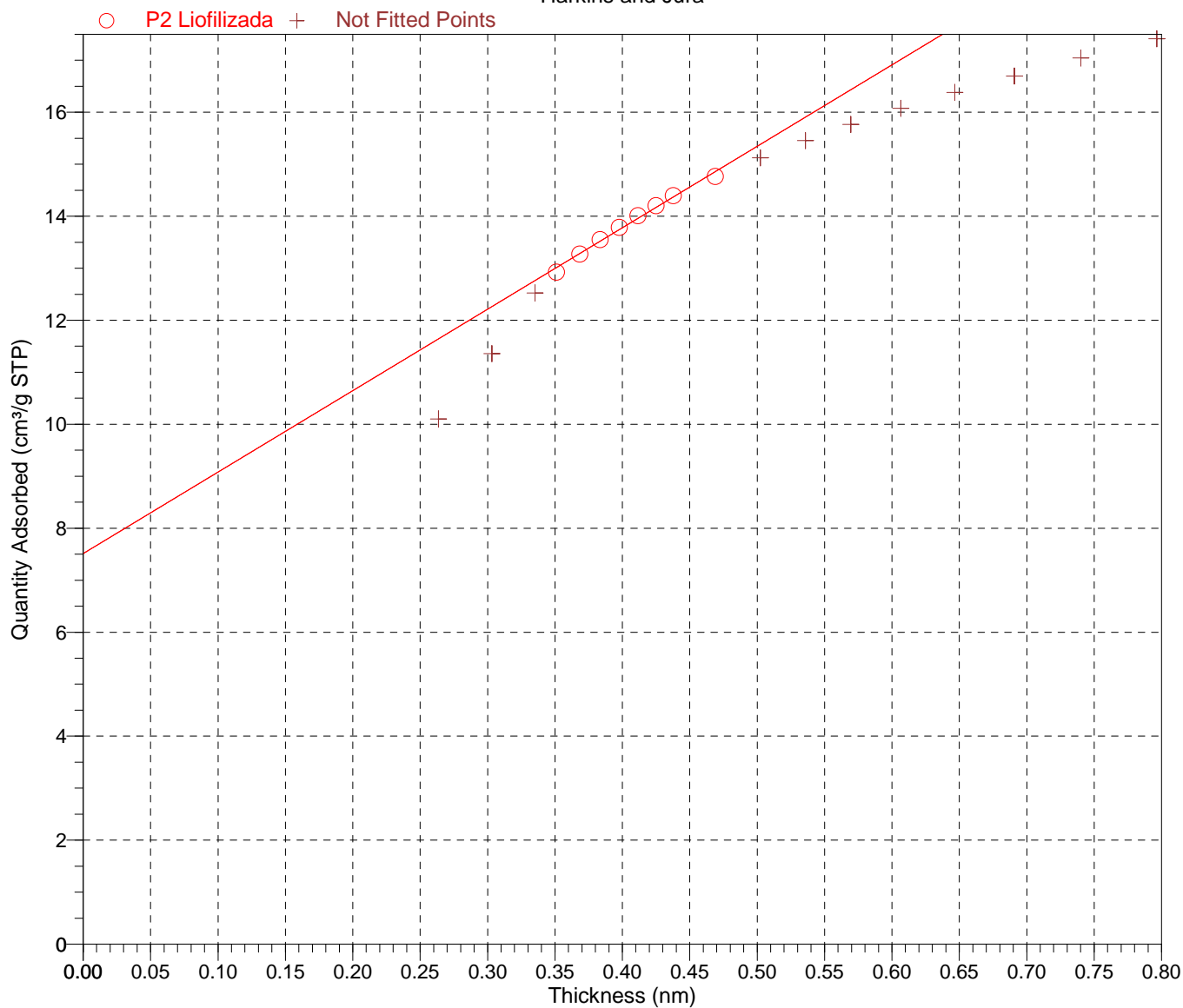
Sample: P2 Liofilizada
 Operator: A.M.G
 Submitter: RM
 File: R:\SUELOS\ASAP\000-004.SMP

Started: 13/01/2015 8:02:07
 Completed: 13/01/2015 18:01:11
 Report Time: 27/01/2015 14:52:48
 Sample Mass: 0.5798 g
 Cold Free Space: 48.7278 cm³
 Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
 Analysis Bath Temp.: -196.330 °C
 Thermal Correction: No
 Warm Free Space: 16.6027 cm³ Measured
 Equilibration Interval: 10 s
 Automatic Degas: Yes

t-Plot

Harkins and Jura



Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 5

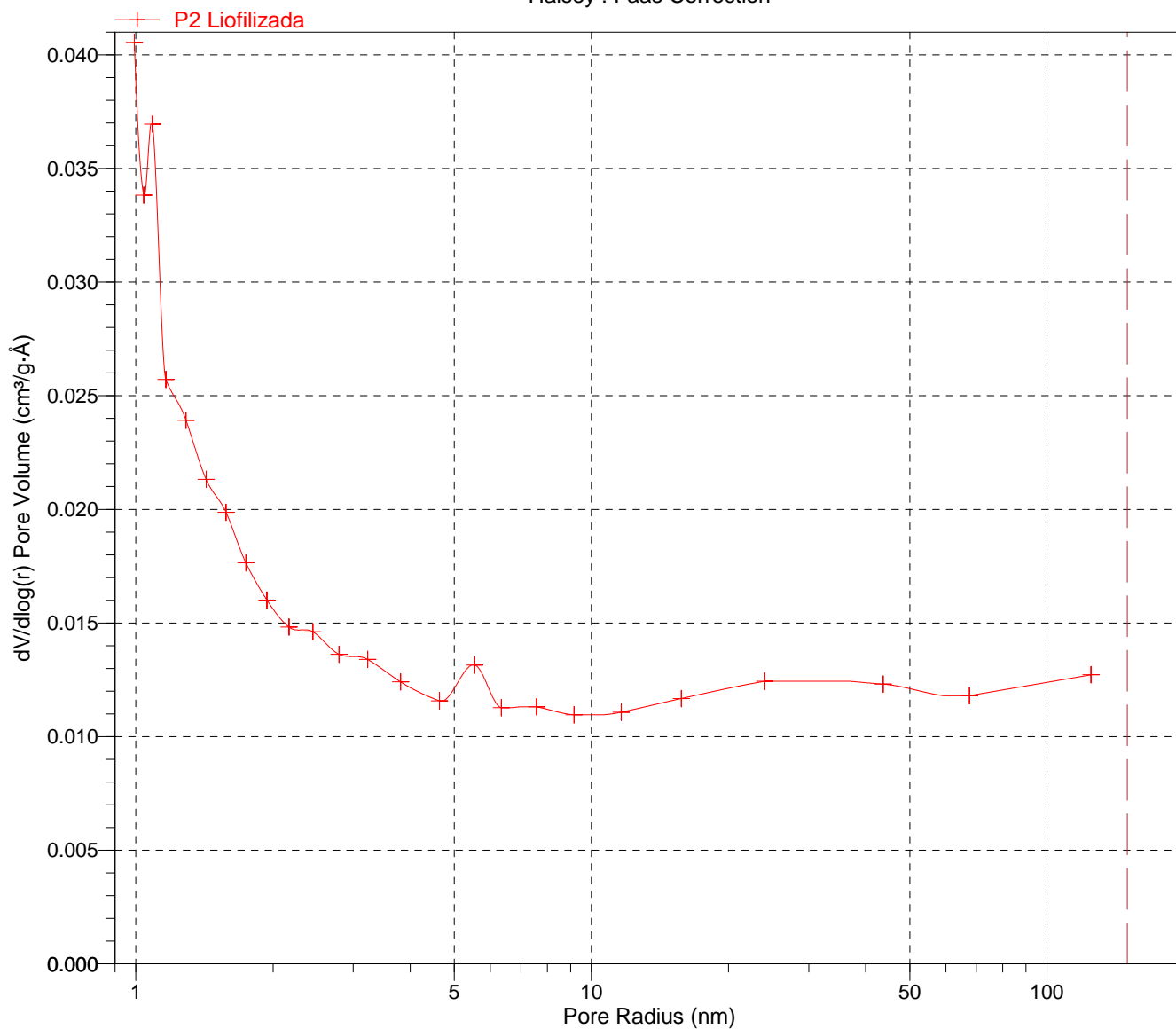
Sample: P2 Liofilizada
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-004.SMP

Started: 13/01/2015 8:02:07
Completed: 13/01/2015 18:01:11
Report Time: 27/01/2015 14:52:48
Sample Mass: 0.5798 g
Cold Free Space: 48.7278 cm³
Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
Analysis Bath Temp.: -196.330 °C
Thermal Correction: No
Warm Free Space: 16.6027 cm³ Measured
Equilibration Interval: 10 s
Automatic Degas: Yes

BJH Adsorption $dV/d\log(r)$ Pore Volume

Halsey : Faas Correction



Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 6

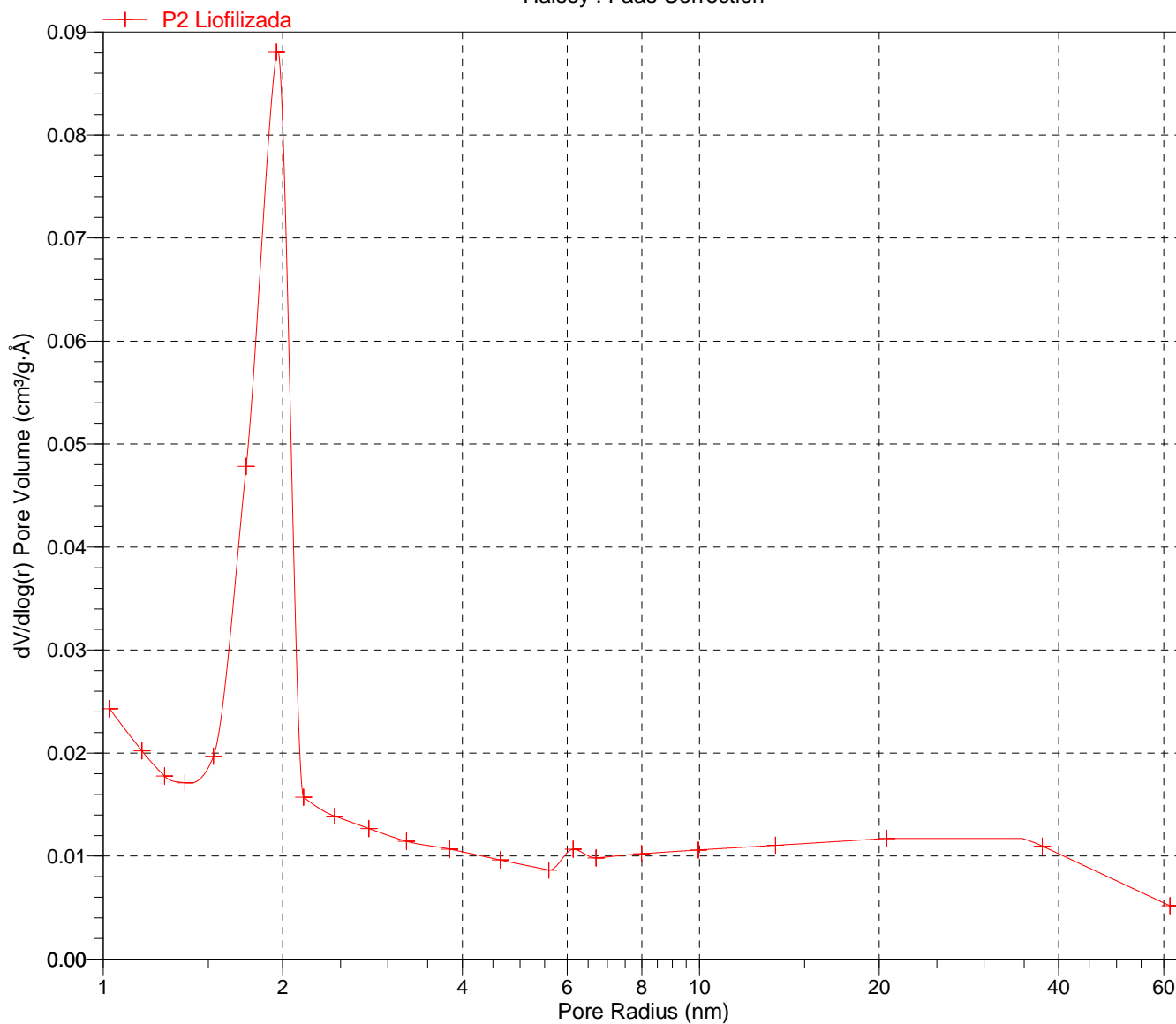
Sample: P2 Liofilizada
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-004.SMP

Started: 13/01/2015 8:02:07
Completed: 13/01/2015 18:01:11
Report Time: 27/01/2015 14:52:48
Sample Mass: 0.5798 g
Cold Free Space: 48.7278 cm³
Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
Analysis Bath Temp.: -196.330 °C
Thermal Correction: No
Warm Free Space: 16.6027 cm³ Measured
Equilibration Interval: 10 s
Automatic Degas: Yes

BJH Desorption dV/dlog(r) Pore Volume

Halsey : Faas Correction



Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 1

Sample: P2 Sin tratamiento
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-005.SMP

Started: 14/01/2015 8:07:23	Analysis Adsorptive: N2
Completed: 14/01/2015 19:09:41	Analysis Bath Temp.: -196.327 °C
Report Time: 27/01/2015 14:52:48	Thermal Correction: No
Sample Mass: 0.8786 g	Warm Free Space: 16.4488 cm ³ Measured
Cold Free Space: 48.9305 cm ³	Equilibration Interval: 10 s
Low Pressure Dose: None	Automatic Degas: Yes

Summary Report

Surface Area

Single point surface area at $P/P_o = 0.201895931$: 46.5447 m²/g

BET Surface Area: 46.5293 m²/g

Langmuir Surface Area: 62.7411 m²/g

t-Plot Micropore Area: 22.0382 m²/g

t-Plot External Surface Area: 24.4912 m²/g

BJH Adsorption cumulative surface area of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 17.958 m²/g

BJH Desorption cumulative surface area of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 20.4792 m²/g

Pore Volume

Single point adsorption total pore volume of pores
less than 35.8997 nm radius at $P/P_o = 0.972289157$: 0.036533 cm³/g

t-Plot micropore volume: 0.009965 cm³/g

BJH Adsorption cumulative volume of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 0.031731 cm³/g

BJH Desorption cumulative volume of pores
between 0.8500 nm and 150.0000 nm radius: 0.030654 cm³/g

Pore Size

Adsorption average pore width (4V/A by single point): 3.13960 nm

BJH Adsorption average pore radius (2V/A): 3.5339 nm

BJH Desorption average pore radius (2V/A): 2.9937 nm

Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

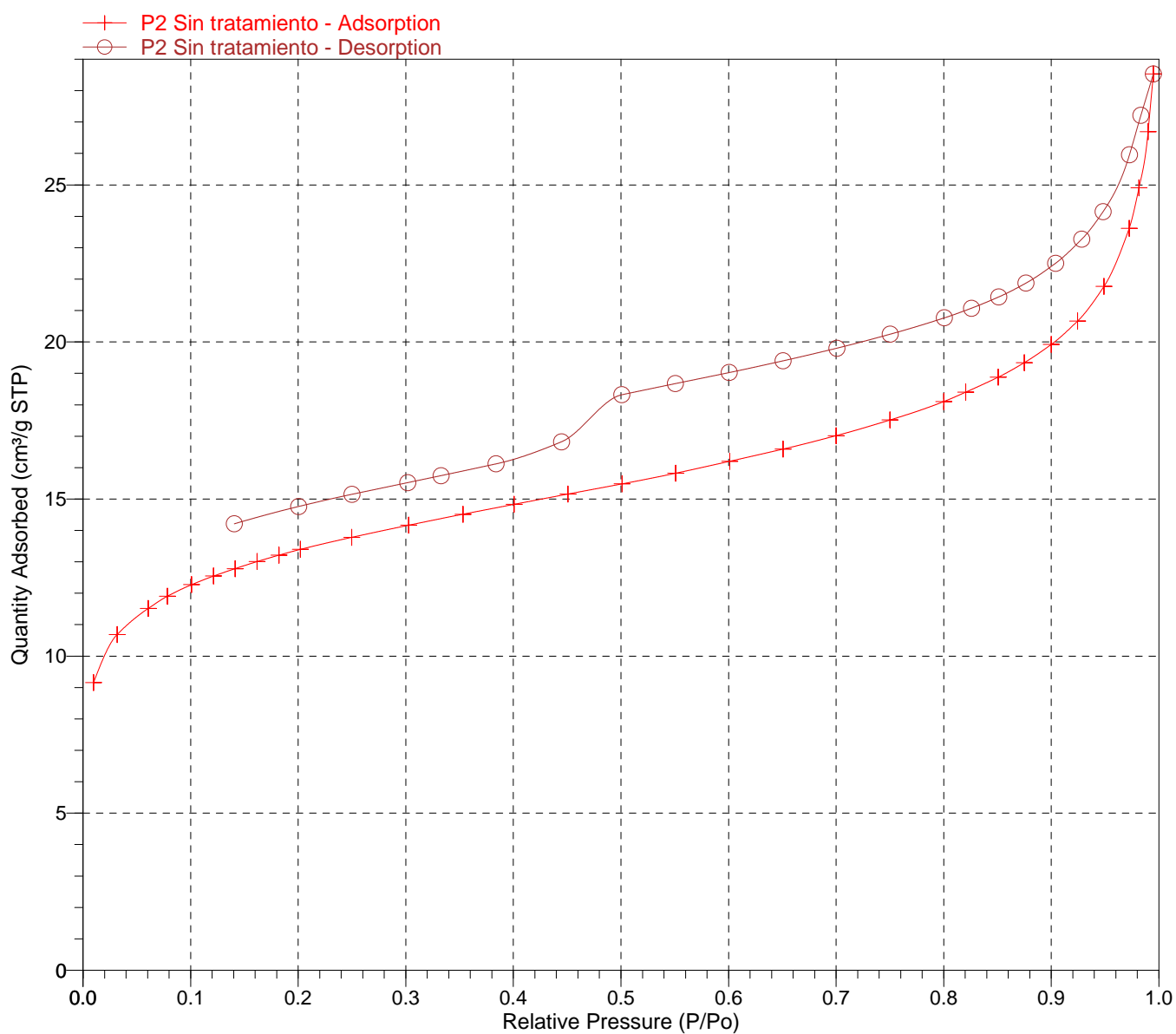
Page 2

Sample: P2 Sin tratamiento
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-005.SMP

Started: 14/01/2015 8:07:23
Completed: 14/01/2015 19:09:41
Report Time: 27/01/2015 14:52:48
Sample Mass: 0.8786 g
Cold Free Space: 48.9305 cm³
Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
Analysis Bath Temp.: -196.327 °C
Thermal Correction: No
Warm Free Space: 16.4488 cm³ Measured
Equilibration Interval: 10 s
Automatic Degas: Yes

Isotherm Linear Plot



Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 3

Sample: P2 Sin tratamiento
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-005.SMP

Started: 14/01/2015 8:07:23
Completed: 14/01/2015 19:09:41
Report Time: 27/01/2015 14:52:48
Sample Mass: 0.8786 g
Cold Free Space: 48.9305 cm³
Low Pressure Dose: None
Analysis Adsorptive: N2
Analysis Bath Temp.: -196.327 °C
Thermal Correction: No
Warm Free Space: 16.4488 cm³ Measured
Equilibration Interval: 10 s
Automatic Degas: Yes

t-Plot Report

Micropore Volume: 0.009965 cm³/g
Micropore Area: 22.0382 m²/g
External Surface Area: 24.4912 m²/g
Slope: 15.833436 ± 0.582587 cm³/g·nm STP
Y-Intercept: 6.442241 ± 0.237209 cm³/g STP
Correlation Coefficient: 0.995963
Surface Area Correction Factor: 1.000
Density Conversion Factor: 0.0015468
Total Surface Area (BET): 46.5293 m²/g
Thickness Range: 0.35000 nm to 0.50000 nm
Thickness Equation: Harkins and Jura
$$t = [13.99 / (0.034 - \log(P/P_o))] ^{0.5}$$

Relative Pressure (P/P _o)	Statistical Thickness (nm)	Quantity Adsorbed (cm ³ /g STP)
0.009840137	0.26181	9.1551
0.031710590	0.30211	10.6891
0.060616897	0.33436	11.5167
0.078507596	0.35045	11.9065
0.100919640	0.36854	12.2729
0.121135026	0.38360	12.5467
0.141378790	0.39790	12.7843
0.161697558	0.41172	13.0084
0.182144246	0.42526	13.2133
0.201895931	0.43811	13.3968
0.249841626	0.46888	13.7802
0.302662690	0.50296	14.1662
0.353204728	0.53654	14.5168
0.400671975	0.56959	14.8311
0.450675625	0.60665	15.1587
0.500959110	0.64700	15.4820
0.550795279	0.69098	15.8219
0.601011221	0.74052	16.2023
0.650542395	0.79613	16.5898

Laboratorio Petrofisica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 4

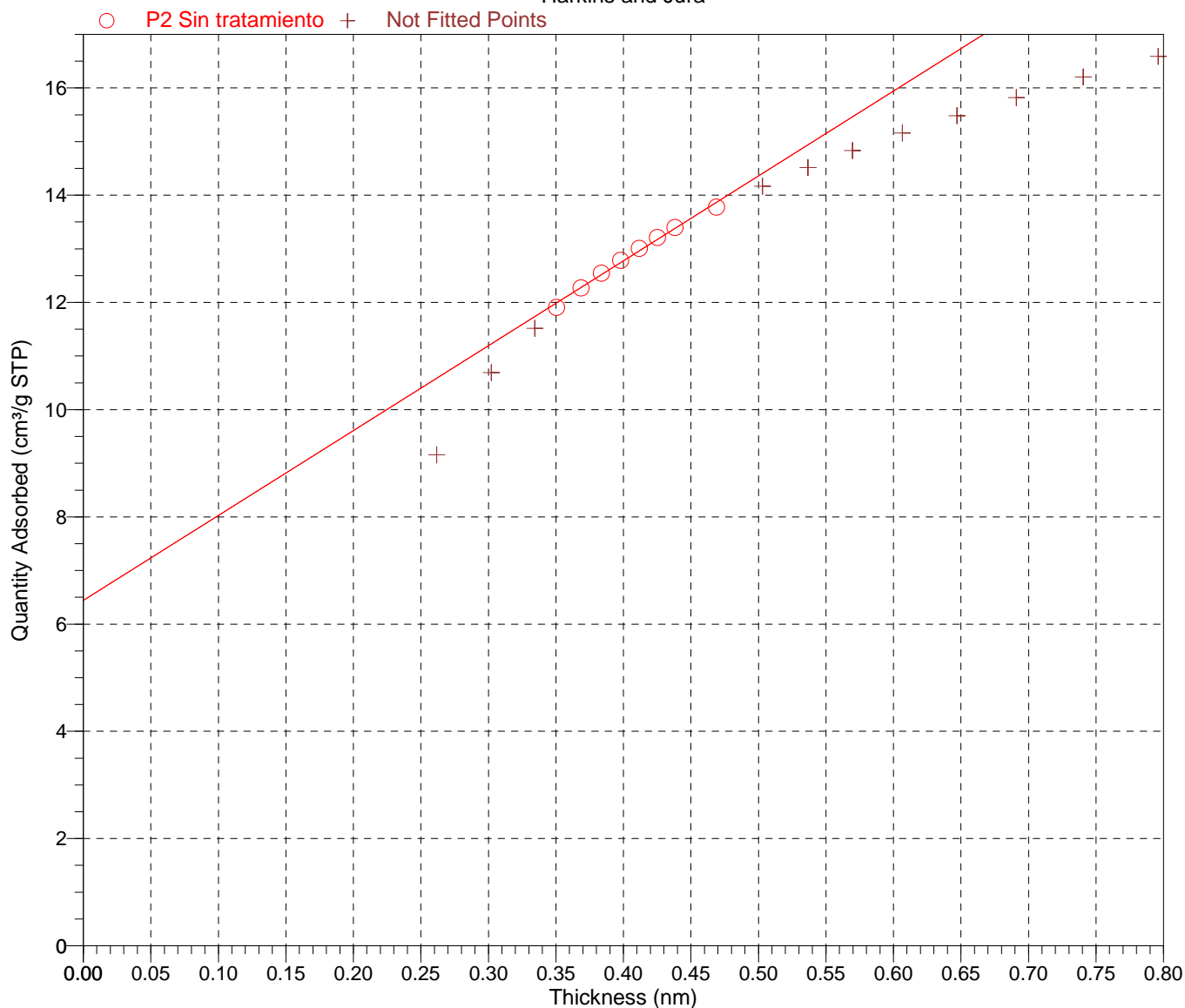
Sample: P2 Sin tratamiento
 Operator: A.M.G
 Submitter: RM
 File: R:\SUELOS\ASAP\000-005.SMP

Started: 14/01/2015 8:07:23
 Completed: 14/01/2015 19:09:41
 Report Time: 27/01/2015 14:52:48
 Sample Mass: 0.8786 g
 Cold Free Space: 48.9305 cm³
 Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
 Analysis Bath Temp.: -196.327 °C
 Thermal Correction: No
 Warm Free Space: 16.4488 cm³ Measured
 Equilibration Interval: 10 s
 Automatic Degas: Yes

t-Plot

Harkins and Jura



Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 5

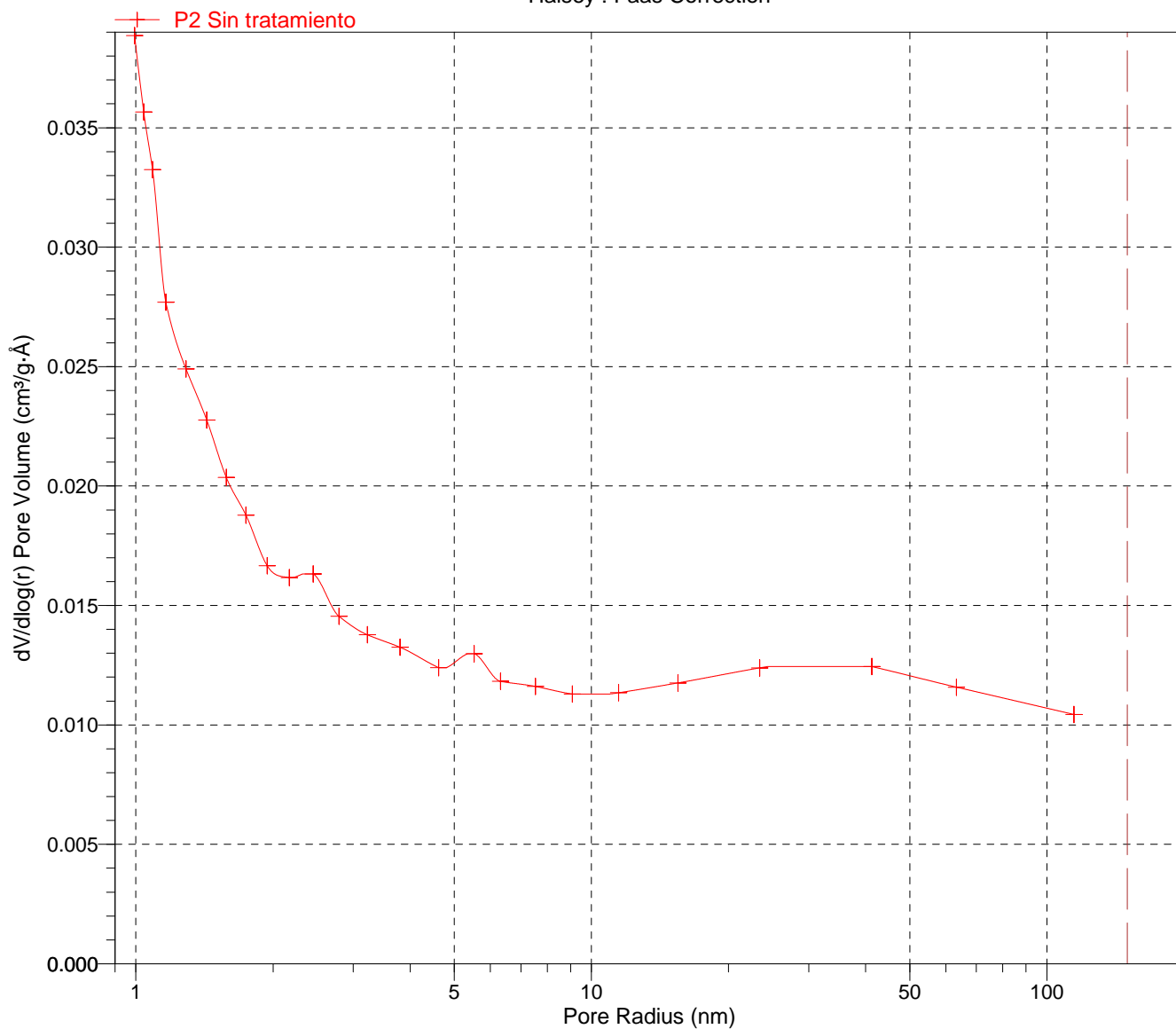
Sample: P2 Sin tratamiento
Operator: A.M.G
Submitter: RM
File: R:\SUELOS\ASAP\000-005.SMP

Started: 14/01/2015 8:07:23
Completed: 14/01/2015 19:09:41
Report Time: 27/01/2015 14:52:48
Sample Mass: 0.8786 g
Cold Free Space: 48.9305 cm³
Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
Analysis Bath Temp.: -196.327 °C
Thermal Correction: No
Warm Free Space: 16.4488 cm³ Measured
Equilibration Interval: 10 s
Automatic Degas: Yes

BJH Adsorption $dV/d\log(r)$ Pore Volume

Halsey : Faas Correction



Laboratorio Petrofísica

ASAP 2020 V3.02 H

Unit 1

Serial #: 871

Page 6

Sample: P2 Sin tratamiento
 Operator: A.M.G
 Submitter: RM
 File: R:\SUELOS\ASAP\000-005.SMP

Started: 14/01/2015 8:07:23
 Completed: 14/01/2015 19:09:41
 Report Time: 27/01/2015 14:52:48
 Sample Mass: 0.8786 g
 Cold Free Space: 48.9305 cm³
 Low Pressure Dose: None

Analysis Adsorptive: N2
 Analysis Bath Temp.: -196.327 °C
 Thermal Correction: No
 Warm Free Space: 16.4488 cm³ Measured
 Equilibration Interval: 10 s
 Automatic Degas: Yes

0.07

Imágenes

